



# Caractérisation et modélisation du comportement mécanique à haute température des aciers ferritiques renforcés par dispersion d'oxydes

Antonin Steckmeyer

## ► To cite this version:

Antonin Steckmeyer. Caractérisation et modélisation du comportement mécanique à haute température des aciers ferritiques renforcés par dispersion d'oxydes. Autre. Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris, 2012. Français. NNT : 2012ENMP0071 . pastel-00819136

**HAL Id: pastel-00819136**

**<https://pastel.archives-ouvertes.fr/pastel-00819136>**

Submitted on 30 Apr 2013

**HAL** is a multi-disciplinary open access archive for the deposit and dissemination of scientific research documents, whether they are published or not. The documents may come from teaching and research institutions in France or abroad, or from public or private research centers.

L'archive ouverte pluridisciplinaire **HAL**, est destinée au dépôt et à la diffusion de documents scientifiques de niveau recherche, publiés ou non, émanant des établissements d'enseignement et de recherche français ou étrangers, des laboratoires publics ou privés.

École doctorale n°432: Sciences des Métiers de l'Ingénieur

**Doctorat ParisTech**

**T H È S E**

**pour obtenir le grade de docteur délivré par**

**l'École nationale supérieure des mines de Paris**

**Spécialité "Sciences et Génie des Matériaux"**

*présentée et soutenue publiquement par*

**Antonin STECKMEYER**

le 28 Novembre 2012

**Caractérisation et modélisation du comportement mécanique à haute température  
des aciers ferritiques renforcés par dispersion d'oxydes**

**Experimental study and modelling of the high temperature mechanical behaviour  
of oxide dispersion strengthened ferritic steels**

Directeur de thèse : **Samuel FOREST**

Encadrement de la thèse : **Benjamin FOURNIER**

**M. Philippe Pilvin**, Professeur, LIMATB, Université de Bretagne-Sud

**M. Edgar Rauch**, Directeur de recherche au CNRS, SIMAP, Grenoble INP

**M. Jean-Louis Boutard**, Conseiller scientifique, CEA Saclay

**M. Sylvain Leclercq**, EDF R&D

**M. André Pineau**, Professeur, Centre des Matériaux, Mines ParisTech

**M. Samuel Forest**, Directeur de recherche au CNRS, Centre des Matériaux, Mines ParisTech

**M. Benjamin Fournier**, Manoir Industries

**M. Sébastien Vincent**, Ingénieur-chercheur, CEA Saclay

Président / Rapporteur

Rapporteur

Examineur

Examineur

Examineur

Examineur

Examineur

Examineur

**T  
H  
È  
S  
E**

**MINES ParisTech**

**Centre des Matériaux - UMR CNRS 7633**

B.P. 87, - 91003, Évry Cedex, France



# Résumé

Le renforcement par dispersion d'oxydes nanométriques permet, d'une manière générale, d'améliorer la résistance mécanique des matériaux métalliques. Il autorise donc une augmentation de leur température maximale d'utilisation. De nombreux travaux de recherche sont menés au Commissariat à l'Énergie Atomique et aux Énergies Alternatives sur les aciers ODS, pour *Oxide Dispersion Strengthened steels*. S'inscrivant dans le cadre du développement du nucléaire civil de quatrième génération, les travaux présentés dans ce manuscrit ont pour but de qualifier un matériau pouvant être utilisé en tant que matériau de gainage combustible à une température de 650°C.

Ce travail de thèse a pour objectif d'améliorer la compréhension des propriétés mécaniques des aciers ODS, en cherchant d'une part à caractériser et à modéliser leur comportement en fluage, et d'autre part à caractériser leur anisotropie de comportement et à en identifier l'origine. Pour cela, de nombreux essais mécaniques ont été effectués entre 20°C et 900°C sur une nuance d'acier ODS ferritique de composition nominale  $\text{Fe-14Cr1W0,26Ti} + 0,3\text{Y}_2\text{O}_3$ . Cette nuance a été élaborée au CEA, par mécanosynthèse puis extrusion à chaud, sous la forme d'une barre ronde. Les résultats obtenus démontrent la grande résistance mécanique à haute température de l'acier ODS étudié. Ils mettent également en évidence une forte dépendance de la ductilité et de la résistance du matériau vis-à-vis de la vitesse de sollicitation.

Sur la base des différentes caractérisations expérimentales réalisées, un modèle de comportement macroscopique uniaxial a été développé. S'appuyant sur la description de trois écrouissages cinématiques et d'un terme de restauration statique, ce modèle démontre une capacité remarquable à reproduire le comportement mécanique du matériau en traction, en fatigue, en fluage et en relaxation. Par ailleurs, la caractérisation de l'anisotropie de comportement mécanique de la nuance d'acier ODS étudiée a montré que celle-ci dépend de la température. Deux modélisations polycristallines différentes ont été mises en place afin de reproduire cette anisotropie de comportement à partir des textures cristallographique et morphologique du matériau. Le désaccord observé entre les prévisions de ces modèles et les résultats expérimentaux conduit à formuler d'autres hypothèses sur la déformation des aciers ODS.

**Mots clés :** RNR-Na, gainage combustible, acier, ODS, haute température, fluage, mécanismes de déformation, modélisation polycristalline, glissement aux joints de grains.





# Abstract

The strength of metals, and therefore their maximum operating temperature, can be improved by oxide dispersion strengthening (ODS). Numerous research studies are carried out at the French Atomic Energy Commission (CEA) in order to develop a cladding tube material for Gen IV nuclear power reactors. Oxide dispersion strengthened steels appear to be the most promising candidates for such application, which demands a minimum operating temperature of 650°C. The present dissertation intends to improve the understanding of the mechanical properties of ODS steels, in terms of creep lifetime and mechanical anisotropy.

The methodology of this work includes mechanical tests between room temperature and 900°C as well as macroscopic and polycrystalline modelling. These tests are carried out on a Fe-14Cr1W0,26Ti + 0,3Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> ODS ferritic steel processed at CEA by mechanical alloying and hot extrusion. The as-received material is a bar with a circular section. The mechanical tests reveal the high mechanical strength of this steel at high temperature. A strong influence of the strain rate on the ductility and the mechanical strength is also observed.

A macroscopic mechanical model has been developed on the basis of some experimental statements such as the high kinematic contribution to the flow stress. This model has a strong ability to reproduce the mechanical behaviour of the studied material. Two different polycrystalline models have also been developed in order to reproduce the mechanical anisotropy of the material. They are based on its specific grain morphology and crystallographic texture. The discrepancy between the predictions of both models and experimental results reveal the necessity to formulate alternate assumptions on the deformation mechanisms of ODS ferritic steels.

**Keywords :** SFR reactor, fuel cladding, steel, ODS, high temperature, creep, deformation mechanisms, polycrystalline modelling, grain boundary sliding.



# Remerciements

Ce manuscrit marque le terme de plus de trois années de travail passées à essayer de mieux comprendre les propriétés mécaniques prometteuses des aciers ODS ferritiques. Il présente la totalité des démarches mises en place et des résultats obtenus à ce sujet. En revanche, il ne mentionne pas l'ensemble des personnes qui m'ont accompagné et aidé durant tout ce temps. Je tiens ici à toutes les remercier.

Je tiens en premier lieu à remercier mes encadrants, sans qui ce travail n'existerait tout simplement pas. Merci Benjamin de m'avoir accordé ta confiance il y a plus de quatre ans maintenant. Je suis conscient de la chance que j'ai eu d'avoir pu effectuer ce travail de thèse avec à la fois une très grande liberté et une très grande sécurité. Grâce à toi, j'ai pu faire progresser mes recherches au rythme et dans la direction que je souhaitais, tout en ayant à chaque instant l'assurance de pouvoir bénéficier d'une oreille précieuse et de recommandations attentives.. Merci pour cela et pour tout le reste. Merci Samuel d'avoir accepté avec enthousiasme de diriger ce travail de thèse. Cet enthousiasme réconfortant a perduré tout au long de ses trois années, pour mon plus grand bien. Je garderai un très bon souvenir de toutes les discussions stimulantes que nous avons eu. Merci également pour les conseils avisés qui m'ont bien aidé au cours des périodes difficiles. Merci enfin à Sébastien de m'avoir suivi et conseillé au cours de ces derniers mois.

Merci également MM. les membres du jury d'avoir accepté d'évaluer mon travail. Merci M. Leclercq / M. Pilvin (*sic*) pour avoir présidé ce jury. Je remercie MM. les rapporteurs, M. Pilvin et M. Rauch, pour toute l'attention avec laquelle vous avez jugé et critiqué mon travail. Merci également M. Pineau pour l'intérêt que vous avez porté à mon étude tout au long de ces trois années. Merci enfin à M. Boutard pour avoir également fait partie de ce jury.

Ce manuscrit clôt pour moi une période plus large de cinq années très enrichissantes pendant lesquelles j'ai évolué au sein du SRMA, le service de recherches métallurgiques appliquées du centre CEA de Saclay. Je souhaite donc remercier les personnes qui, il y a bien longtemps, ont su m'attirer vers ces lieux : Maxime Sauzay, Laurent Dupuis et Fabien Onimus. Je vous dois bien évidemment beaucoup. Je remercie également, pour leur accueil, les différents responsables qui se sont succédés à la tête du service et de ces différents laboratoires : Laurence Portier, Luc Paradis, Lucien Allais, Philippe Chapelot, Laurent Chaffron, Laëtitia Nicolas et Jean-Luc Béchade. Un merci tout particulier à Jean-Luc pour l'intérêt et la disponibilité dont il a fait preuve durant cette thèse.

Ce travail doit également beaucoup à toutes celles et à tous ceux qui m'ont aidé, assisté et conseillé durant ces trois années. Les caractérisations mécaniques et microstructurales réalisées au SRMA n'auraient pas pu se faire sans l'intervention de quasiment chacun des membres du

service. Je n'aurais par ailleurs jamais pu maîtriser Zébulon sans l'aide des membres du centre des Matériaux, et aurais eu besoin de développer un véritable don d'ubiquité si je n'avais pas eu le soutien de l'équipe informatique. J'adresse donc un grand merci à tous ceux qui, à un moment donné, m'ont rendu service et m'ont permis d'aller au bout de ce travail. Je ne prends pas la peine de tous vous citer ici — puisque la liste sera trop longue et que j'en oublierai forcément quelques un(e)s — mais le cœur y est. Je remercie en revanche tout particulièrement Christel Caës, Françoise Barcelo et Véronique Rabeau pour le temps quasi-infini qu'elle m'ont consacré.

Merci enfin à tous ceux que j'ai rencontré au cours de ces trois ans et avec qui j'ai partagé tant de moments emplis de bonne humeur. Je pense tout particulièrement à Camille et Pierre-François, avec qui j'ai appris tant de choses (plus ou moins utiles..) et qui m'ont montré le chemin à suivre. Je pense également à tous les permanents, thésards et stagiaires côtoyés plus ou moins quotidiennement au CEA et au centre des Matériaux : Lionel, Christian, France, Aurélien, Nathalie, Khadija, Rodrigo, Séverine, Léa, Louise, Mathilde, Charlotte, Arthur, Xu, Marie-Laure, Justin, Damien, Daniel et les autres... Merci à vous.

Je remercie enfin mes proches pour avoir été à mes côtés tout au long de ces années. Merci à mes parents et à mes sœurs pour m'avoir entouré et soutenu. Merci à toi, Fanny, pour la patience, le courage et le soutien dont tu as fait preuve durant ces trois longues années.

# Table des matières

<b>Introduction</b>	<b>15</b>
<b>1 Les aciers ODS et leurs caractéristiques</b>	<b>19</b>
1.1 Historique et exigences du nucléaire . . . . .	20
1.1.1 Les origines du renforcement par dispersion d'oxydes . . . . .	20
1.1.2 Le cahier des charges pour RNR-Na . . . . .	21
1.1.3 Les principales nuances d'aciers ODS développées . . . . .	23
1.2 Fabrication des aciers renforcés par dispersion d'oxydes . . . . .	25
1.2.1 La mécanosynthèse . . . . .	25
1.2.2 L'étape de consolidation . . . . .	27
1.2.3 La mise en forme des tubes . . . . .	28
1.3 Microstructure des aciers ODS . . . . .	30
1.3.1 Les différentes familles de particules identifiées . . . . .	30
1.3.2 Nature et structure des nano-renforts . . . . .	32
1.3.3 Morphologie des grains . . . . .	38
1.3.4 Texture cristallographique . . . . .	39
1.4 Propriétés des nuances ODS . . . . .	40
1.4.1 Résistance au fluage . . . . .	40
1.4.2 Propriétés de traction . . . . .	44
1.4.3 Transition ductile-fragile . . . . .	48
1.4.4 Stabilité de la microstructure . . . . .	50
1.5 Mécanismes de déformation . . . . .	54
1.5.1 Obstacles au mouvement des dislocations . . . . .	54
1.5.2 Mécanismes de déformation en température . . . . .	58
1.5.3 Mécanismes de déformation à seuil . . . . .	63
1.5.4 Le modèle de fluage Arzt-Rösler-Wilkinson . . . . .	65
1.5.5 Les simulations par dynamique des dislocations . . . . .	67
1.5.6 Bilan sur les mécanismes de déformation . . . . .	68
1.6 Conclusion . . . . .	70
<b>2 Caractérisation microstructurale de la nuance ODS 14Cr J05</b>	<b>73</b>
2.1 Paramètres d'élaboration et composition chimique . . . . .	74
2.1.1 Atomisation et co-broyage . . . . .	74

2.1.2	Consolidation par extrusion à chaud . . . . .	74
2.1.3	Composition chimique du matériau . . . . .	75
2.2	Microstructure à l'état de réception . . . . .	76
2.2.1	Taille de grains . . . . .	76
2.2.2	Nano-renforts et particules micrométriques . . . . .	77
2.2.3	Texture cristallographique mesurée par DRX . . . . .	78
2.3	Bilan des premières caractérisations . . . . .	80
2.4	Cartographies EBSD et texture locale . . . . .	82
2.5	Dépendance de la taille de grains vis-à-vis de la désorientation intergranulaire . . . . .	83
2.6	Conclusion . . . . .	89
<b>3</b>	<b>Caractérisation du comportement mécanique longitudinal de la barre ODS</b>	<b>91</b>
3.1	Traction . . . . .	92
3.1.1	Influence de la température . . . . .	92
3.1.2	Influence de la vitesse de sollicitation . . . . .	94
3.1.3	Bilan . . . . .	96
3.2	Fluage . . . . .	97
3.2.1	Allongement à rupture . . . . .	97
3.2.2	Durée de vie . . . . .	101
3.2.3	Vitesse minimale de déformation . . . . .	101
3.2.4	Bilan . . . . .	105
3.3	Fatigue . . . . .	106
3.3.1	Comportement cyclique . . . . .	106
3.3.2	Analyse des boucles de fatigue . . . . .	109
3.4	Autres caractérisations en fluage . . . . .	111
3.4.1	Essais de fluage à sauts de contrainte . . . . .	111
3.4.2	Essai de fatigue-fluage . . . . .	112
3.4.3	Essai de fluage alterné en traction / compression . . . . .	113
3.5	Relaxation . . . . .	116
3.6	Étude de l'endommagement . . . . .	117
3.6.1	Observation des faciès de rupture . . . . .	117
3.6.2	Observation de l'endommagement en volume . . . . .	120
3.7	Conclusion . . . . .	123
<b>4</b>	<b>Modélisation du comportement mécanique longitudinal</b>	<b>125</b>
4.1	Limite d'élasticité et évolution en température . . . . .	126
4.1.1	Limite d'élasticité à basse température . . . . .	126
4.1.2	Évolution des mécanismes de déformation avec la température . . . . .	127
4.1.3	Bilan . . . . .	128
4.2	Modèle de comportement macroscopique en $\rho$ . . . . .	129
4.2.1	Description du modèle . . . . .	129
4.2.2	Paramètres du modèle et identification . . . . .	130
4.2.3	Résultats : traction et fatigue . . . . .	131
4.3	Modélisation basée sur l'évolution de la contrainte cinématique . . . . .	133

4.3.1	Modification du modèle . . . . .	133
4.3.2	Lois d'évolution de $X$ et de $\rho$ . . . . .	133
4.3.3	Identification des paramètres et résultats . . . . .	135
4.4	Modélisation des essais de fluage et de relaxation . . . . .	137
4.4.1	Apport d'un terme de restauration statique . . . . .	137
4.4.2	Fluage et relaxation . . . . .	140
4.5	Modélisation des essais de fluage à sauts de contrainte et de fluage alterné . . . . .	143
4.5.1	Fluage à sauts de contrainte . . . . .	143
4.5.2	Fluage alterné en traction / compression . . . . .	145
4.6	Ajout d'un critère de rupture en fluage . . . . .	146
4.7	Conclusion . . . . .	148
<b>5</b>	<b>Caractérisation mécanique de l'anisotropie de comportement</b>	<b>151</b>
5.1	Anisotropie en traction de la nuance J05 . . . . .	152
5.1.1	Anisotropie en contrainte . . . . .	154
5.1.2	Anisotropie de rupture . . . . .	154
5.1.3	Anisotropie en déformation plastique . . . . .	155
5.1.4	Influence de la vitesse de sollicitation . . . . .	158
5.1.5	Endommagement . . . . .	159
5.2	Discussion . . . . .	165
5.2.1	Anisotropie des ODS ferritiques . . . . .	165
5.2.2	Lien entre anisotropie et microstructure . . . . .	168
5.3	Conclusion . . . . .	171
<b>6</b>	<b>Modélisation polycristalline de l'anisotropie de comportement</b>	<b>173</b>
6.1	Introduction à la modélisation polycristalline . . . . .	174
6.1.1	Méthodes de changement d'échelle . . . . .	174
6.1.2	Lois de plasticité cristalline . . . . .	176
6.1.3	Texture cristallographique et systèmes de glissement . . . . .	177
6.2	Modélisation polycristalline par homogénéisation auto-cohérente . . . . .	178
6.2.1	Équations du modèle PXH . . . . .	178
6.2.2	Représentativité et dispersion des résultats . . . . .	179
6.2.3	Identification des paramètres du modèle . . . . .	181
6.2.4	Prévision de l'anisotropie en contrainte . . . . .	184
6.2.5	Modélisation de l'anisotropie en déformation plastique . . . . .	190
6.2.6	Bilan . . . . .	192
6.3	Agrégats polycristallins et méthode des éléments finis . . . . .	194
6.3.1	Géométrie, conditions aux limites et type d'éléments . . . . .	194
6.3.2	Influence de la texture cristallographique . . . . .	198
6.3.3	Influence de la morphologie des grains . . . . .	200
6.4	Conclusion . . . . .	204
	<b>Discussion</b>	<b>207</b>



<b>Conclusion générale</b>	<b>215</b>
<b>A Le rôle des joints de grains dans la déformation des aciers ODS</b>	<b>217</b>
<b>B Compléments de modélisation</b>	<b>233</b>
<b>C Texture cristallographique</b>	<b>249</b>
<b>D Caractérisations mécaniques</b>	<b>257</b>
<b>Bibliographie</b>	<b>263</b>

# Glossaire des acronymes et notations employées

## Acronymes

CIC	Compaction Isostatique à Chaud
CPFEM	<i>Crystal Plasticity Finite Element Modelling</i>
DBTT	<i>Ductile to Brittle Transition Temperature</i>
DNPA	Diffraction des Neutrons aux Petits Angles
dpa	déplacement par atome
DRX	Diffraction des Rayons X
DXPA	Diffraction des rayons X aux Petits Angles
EBSD	Electron Back Scatter Diffraction
EELS	<i>Electron Energy Loss Spectroscopy</i>
EFTEM	<i>Energy Filtered Transmission Electron Microscope</i>
F/M	Ferrito-Martensitique
FEG	<i>Field Emission Gun</i>
LFR	<i>Lead Fast Reactor</i>
MEB	Microscope Électronique à Balayage
MET	Microscope Électronique en Transmission
MET-HR	MET à Haute Résolution
ODS	<i>Oxide Dispersion Strengthened / Strengthening</i>
PXH	Modèle d'homogénéisation polycristalline développé au chapitre 6
RNR-Na	Réacteur à Neutrons Rapides à caloporteur au sodium
SAT	Sonde Atomique Tomographique
SCWPR	<i>Super-Critical Water Power Reactor</i>



# Introduction

Le développement de centrales nucléaires de quatrième génération a pour objectif de répondre à un certain nombre de défis auxquels fait face l'industrie nucléaire. Le premier d'entre eux est celui d'une consommation durable des ressources en combustible. Afin d'anticiper la diminution des ressources en uranium, il est essentiel d'utiliser au mieux le potentiel énergétique de ce minerai. L'emploi de réacteurs à neutrons rapides estampillés *Génération IV* permettra sur ce point une amélioration considérable : selon les scénarios, la durée estimée des ressources en combustible pourrait être multipliée par un facteur 50 [GIF, 2002], passant ainsi de quelques dizaines d'années à quelques siècles. La diminution des déchets nucléaires, l'amélioration de la sécurité des installations, la lutte contre la prolifération nucléaire et la recherche de meilleurs rendements énergétique et économique sont les autres défis auxquels cette nouvelle génération de réacteurs doit répondre.

Parmi les six filières retenues au niveau international, la Direction de l'Énergie Nucléaire du Commissariat à l'Énergie Atomique et aux Énergies Alternatives (CEA) consacre une grande partie de ses efforts de recherche au développement d'un RNR-Na : un réacteur à neutrons rapides refroidi au sodium. La construction d'un prototype industriel, Astrid *Advanced Sodium Technological Reactor for Industrial Demonstration*, est prévue à l'horizon 2020 – 2025. L'amélioration du rendement thermodynamique d'un tel réacteur par rapport aux réacteurs existants est rendue possible par l'élévation de la température du cœur. Une telle hausse permet également d'augmenter le taux de combustion de l'uranium — le *burn-up* — en influant sur la section efficace d'interaction entre neutrons rapides et atomes d'uranium  $^{238}\text{U}$ . Le défi technologique qui résulte de cette élévation de température est important. Pour bon nombre de composants, il exige la qualification de nouveaux matériaux. C'est notamment le cas du gainage combustible.

Le gainage combustible constitue la première barrière de confinement du combustible nucléaire. Il est soumis pendant toute la durée du cycle combustible, soit plusieurs années, à des sollicitations extrêmes. En plus d'être traversé par un flux important de neutrons, il subit une pression interne élevée, tout en étant maintenu à une température de 650°C. La sollicitation de pression interne apparaît et croît avec la libération des gaz de fission. Elle peut atteindre plusieurs dizaines de bars. Malgré cela, le gainage ne doit pas se déformer. Son gonflement maximal admissible est en effet fixé à environ 1 % afin de ne pas perturber le fonctionnement du réacteur. Parmi les matériaux susceptibles de respecter la totalité du cahier des charges qui s'applique aux gaines combustibles, on peut distinguer d'un côté les aciers austénitiques avancés et de l'autre les aciers ferritiques ou martensitiques nano-renforcés. Les alliages de zirconium n'ont quant à eux pas une résistance mécanique suffisante à ces températures pour être envisagés.

Les aciers austénitiques ont précédemment été utilisés comme matériau de gainage au sein des réacteurs à neutrons rapides Phénix et Superphénix, désormais à l'arrêt. Cela leur confère un avantage certain en termes de retour d'expérience. Une nuance austénitique optimisée a d'ailleurs été développée : le AIM1 (ou 15/15Ti). De par la très bonne connaissance de ce matériau et du fait du délai très court, le ou les premiers cœur(s) du réacteur Astrid seront probablement constitués de crayons combustibles en AIM1. Malheureusement, les aciers austénitiques sont sujets au phénomène de gonflement sous irradiation. Cela implique que leur durée de maintien en réacteur est limitée. Augmenter cette durée permettrait à la fois d'espacer les périodes d'arrêt du réacteur et d'augmenter le taux de combustion du combustible, deux points qui justifient pleinement la qualification d'un autre matériau de gainage.

À l'heure actuelle, les aciers ferritiques ou martensitiques nano-renforcés constituent la voie la plus prometteuse. D'une part, leur structure cristallographique cubique centrée les prémunie contre le gonflement sous irradiation [Dubuisson *et al.*, 1993]. D'autre part, la présence de nano-renforts augmente de manière considérable leur résistance au fluage [Ukai *et al.*, 1998b, Zakine *et al.*, 1996c]. Des durées de vie en service supérieures à celle de l'AIM1 sont ainsi attendues. Trois nuances ODS de référence sont développées et étudiées au CEA, et plus particulièrement au Service de Recherche Métallurgiques Appliquées. Elles contiennent respectivement 9 pds%, 14 pds% et 18 pds% de chrome et sont renforcées par dispersion de 0,25 pds% à 0,30 pds% d'oxyde d'yttrium. De nombreux travaux sont menés au CEA afin d'étudier la stabilité en température et sous irradiation des nano-particules, d'optimiser leur procédé d'élaboration et de caractériser leurs propriétés mécaniques.

Le travail de thèse rapporté ici a pour objectif d'améliorer la compréhension des propriétés mécaniques des aciers renforcés par dispersion d'oxydes et de rendre possible, à terme, une modélisation du comportement en service des gaines de combustible. Cette démarche nécessite une compréhension des mécanismes de déformation en jeu au sein des matériaux ODS. Pour cela, des caractérisations mécaniques doublées d'un travail de modélisation ont été mises en place. Elles portent sur une nuance ODS contenant 14 pds% de chrome, élaborée par extrusion à chaud sous la forme d'une barre ronde.

Le **premier chapitre** de ce mémoire constitue une présentation générale des aciers renforcés par dispersion d'oxydes. Il permet d'avoir un aperçu complet du mode d'élaboration de ces matériaux ainsi que de leur microstructure complexe et de leurs propriétés mécaniques. Une revue des différents mécanismes de déformation évoqués dans la littérature est proposée. Le **deuxième chapitre** s'attache à décrire plus précisément la microstructure de la nuance ODS sur laquelle les caractérisations mécaniques réalisées au cours de ces travaux de thèse ont été effectuées. Cette caractérisation microstructurale met en avant une anisotropie du matériau, aussi bien en termes de morphologie des grains que d'orientations cristallographiques. Le **troisième chapitre** décrit l'ensemble des caractérisations mécaniques réalisées dans la direction longitudinale de la barre ODS étudiée. Les résultats présentés regroupent des sollicitations de traction, de fluage, de fatigue, de fatigue-fluage et de relaxation. Ils mettent en évidence les bonnes propriétés mécaniques de la nuance étudiée par rapport aux données disponibles dans la littérature. Le **quatrième chapitre** décrit la modélisation macroscopique qui a été développée afin de rendre compte du

comportement longitudinal du matériau. Cette modélisation s'appuie sur les observations et caractérisations présentées dans le chapitre 3. Elle permet de mettre en avant le rôle de l'écrouissage cinématique et de sa restauration partielle dans le comportement mécanique à haute température des aciers ODS. Le **cinquième chapitre** présente les résultats expérimentaux issus de la caractérisation de l'anisotropie de comportement de la nuance ODS étudiée. L'anisotropie du matériau est discutée en termes de résistance mécanique, de ductilité et de rupture. Enfin, le **sixième chapitre** décrit les travaux de modélisation polycristalline développés afin de rendre compte de l'anisotropie mécanique observée dans le chapitre 5. Il décrit l'influence de la forme des grains et de la texture cristallographique sur la réponse de deux modèles, un modèle d'homogénéisation polycristalline et un modèle de plasticité cristalline par éléments finis.

Par ailleurs, la première annexe de ce mémoire se penche plus particulièrement sur l'éventualité du phénomène de glissement aux joints de grains dans les aciers renforcés par dispersion d'oxydes.



# Chapitre 1

## Les aciers ODS et leurs caractéristiques

### Sommaire

---

<b>1.1</b>	<b>Historique et exigences du nucléaire . . . . .</b>	<b>20</b>
1.1.1	Les origines du renforcement par dispersion d'oxydes . . . . .	20
1.1.2	Le cahier des charges pour RNR-Na . . . . .	21
1.1.3	Les principales nuances d'aciers ODS développées . . . . .	23
<b>1.2</b>	<b>Fabrication des aciers renforcés par dispersion d'oxydes . . . . .</b>	<b>25</b>
1.2.1	La mécanosynthèse . . . . .	25
1.2.2	L'étape de consolidation . . . . .	27
1.2.3	La mise en forme des tubes . . . . .	28
<b>1.3</b>	<b>Microstructure des aciers ODS . . . . .</b>	<b>30</b>
1.3.1	Les différentes familles de particules identifiées . . . . .	30
1.3.2	Nature et structure des nano-renforts . . . . .	32
1.3.3	Morphologie des grains . . . . .	38
1.3.4	Texture cristallographique . . . . .	39
<b>1.4</b>	<b>Propriétés des nuances ODS . . . . .</b>	<b>40</b>
1.4.1	Résistance au fluage . . . . .	40
1.4.2	Propriétés de traction . . . . .	44
1.4.3	Transition ductile-fragile . . . . .	48
1.4.4	Stabilité de la microstructure . . . . .	50
<b>1.5</b>	<b>Mécanismes de déformation . . . . .</b>	<b>54</b>
1.5.1	Obstacles au mouvement des dislocations . . . . .	54
1.5.2	Mécanismes de déformation en température . . . . .	58
1.5.3	Mécanismes de déformation à seuil . . . . .	63
1.5.4	Le modèle de fluage Arzt-Rösler-Wilkinson . . . . .	65
1.5.5	Les simulations par dynamique des dislocations . . . . .	67
1.5.6	Bilan sur les mécanismes de déformation . . . . .	68
<b>1.6</b>	<b>Conclusion . . . . .</b>	<b>70</b>

---



Ce premier chapitre a pour but de présenter les aciers nano-renforcés, en insistant sur leurs particularités et sur leurs atouts vis-à-vis du cahier des charges imposé dans le cadre du développement de réacteurs nucléaires de quatrième génération. Leur mode de fabrication complexe est décrit, leur microstructure est finement détaillée et leurs propriétés — mécaniques et autres — sont passées en revue. Pour finir, une présentation des mécanismes de déformation susceptibles d'expliquer leur comportement mécanique est effectuée.

## 1.1 Historique et exigences du nucléaire

### 1.1.1 Les origines du renforcement par dispersion d'oxydes

L'idée d'améliorer les propriétés d'un matériau par l'ajout de renforts inertes n'est pas récente. Elle trouve son origine dans le développement de la lampe à incandescence, au tout début du XX<sup>ème</sup> siècle. La question des propriétés mécaniques à haute température était déjà d'actualité puisqu'il s'agissait de trouver un moyen d'allonger la durée de vie des filaments de tungstène. Schade [Schade, 2010] rapporte ainsi comment Coolidge [Coolidge, 1912] a constaté que l'ajout de certains oxydes réfractaires permettait d'obtenir un filament de tungstène possédant une résistance accrue face aux phénomènes d'*offsetting*<sup>a</sup> et de *sagging*<sup>b</sup>, phénomènes qui mènent à la rupture du filament. Parmi les différents oxydes employés, Coolidge remarque que l'oxyde de thorium ThO<sub>2</sub>, qui est le plus stable en température, conduit aux meilleures propriétés.

Le *SAP*, pour *Sintered Aluminium Powder*, semble avoir été le premier matériau renforcé par dispersion d'oxydes ayant pour but de supporter plus que son propre poids. Il s'agissait d'un alliage d'aluminium renforcé par de l'oxyde d'aluminium (Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) et développé par Irmann [Irmann, 1949] et van Zeerleder [van Zeerleder, 1950]. La faible température de fusion de l'aluminium en a cependant fortement limité l'utilisation, ce qui a conduit au développement d'autres matériaux renforcés par dispersion d'oxydes. Dans les années 60, la société Dupont de Nemours commercialise le *TD-Nickel*, un alliage de nickel renforcé par 2% de thoria (ThO<sub>2</sub>). Très rapidement, on cherche à en comprendre les bonnes propriétés en fluage [Wilcox et Clauer, 1965], et déjà la question du rôle précis des renforts se pose [White et Carnahan, 1964]. D'autres nuances à base de cuivre (Cu-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> et Cu-SiO<sub>2</sub>) sont également développées et suscitent les mêmes questionnements [Preston et Grant, 1961].

### L'apport de la mécanosynthèse

Une rupture technologique se produit au début des années 70 avec l'invention de la *mécanosynthèse* par Benjamin, travaillant pour la société *Inco*<sup>c</sup>. Il s'agit d'une étape de broyage qui a pour but d'incorporer de manière homogène des renforts nanométriques au sein d'une poudre métallique. Cette nouvelle technique d'élaboration permet d'obtenir un matériau possédant une distribution homogène de particules de seulement quelques nanomètres de diamètre. Elle a été développée dans le but de combiner, au sein d'un alliage de nickel, les renforcements par précipités

a. Des grains recristallisés occupant toute la largeur du filament glissent les uns par rapport aux autres.

b. La déformation du filament sous l'effet de son propre poids.

c. The International Nickel Company, intégrée depuis au sein de la Special Metals Corporation.

intermétalliques  $\gamma'$  et par dispersion d'oxydes. Elle supprime rapidement les techniques précédemment utilisées, dont le simple mélange de poudres avant consolidation, l'oxydation interne ou la réduction sélective [Benjamin, 1970].

En parallèle du développement de la mécanosynthèse, Inco mène une étude comparative des différents oxydes pouvant être employés [Benjamin, 1992]. Cette étude confirme que l'utilisation de thorium est particulièrement efficace. Elle révèle cependant que l'utilisation d'oxydes d'yttrium ( $Y_2O_3$ ) conduit à des propriétés similaires. Cette découverte s'avère primordiale puisqu'elle mènera à l'utilisation d'yttrium en lieu et place du thorium, permettant ainsi d'éviter les problèmes liés à la radioactivité de ce dernier<sup>a</sup>.

### Les aciers nano-renforcés pour applications nucléaires

À la fin des années 1960, Huet a l'idée de renforcer des alliages à base fer et de les utiliser dans un environnement nucléaire [Huet, 1967]. Le principal objectif, qui est toujours d'actualité, était de remédier au problème de gonflement sous irradiation observé sur les nuances d'aciers austénitiques utilisées dans les premiers réacteurs à neutrons rapides. L'emploi de nuances d'aciers ferritiques ou martensitiques était l'une des solutions envisagées, puisque ces nuances apparaissaient comme très peu sujettes au gonflement sous irradiation [Dubuisson *et al.*, 1993]. La dispersion d'oxydes apparaissait alors comme le moyen de remédier aux propriétés mécaniques insuffisantes de ces nuances à haute température. Les premières nuances ont été développées au SCK-CEN de Mol (Belgique) en collaboration avec *Dour Metal*. Une revue complète des recherches menées à l'époque est proposée dans [De Bremaecker, 2011]. Ces travaux mèneront notamment à la fabrication du DT2203Y05, un acier ferritique contenant du titane et de l'yttrium. Ce programme sera stoppé en 1987, à la suite de la catastrophe de Tchernobyl. Parallèlement, et avec le même objectif, Inco dépose un brevet intitulé « *Dispersion-strengthened ferritic alloy for use in Liquid-Metal Fast Breeder Reactors* », qui donnera lieu à la fabrication et à la commercialisation du MA957 [Fischer, 1976].

#### 1.1.2 Le cahier des charges pour RNR-Na

Depuis les premiers travaux menés au SCK-CEN par Huet et son équipe, le développement de nuances ferritiques ou martensitiques renforcées par dispersion d'oxydes n'a pas cessé. À l'heure actuelle, deux applications principales motivent ces recherches. La première accompagne le développement des réacteurs nucléaires de quatrième génération, avec notamment le concept de réacteur à neutrons rapides refroidi au sodium (RNR-Na). Il s'agit du développement d'un nouveau gainage combustible. La seconde application concerne le développement des réacteurs de fusion nucléaire. Les aciers ODS sont envisagés comme matériaux constituant une partie de la paroi face au plasma [Baluc *et al.*, 2011]. Ces deux applications sont illustrées par la figure 1.1. Pour chacune de ces applications, les propriétés mécaniques recherchées en priorité sont (i) une très bonne tenue à une température supérieure à 600°C, (ii) un maintien de ces propriétés sous forte irradiation aux neutrons et (iii) des propriétés de résilience suffisamment bonnes pour permettre une manipulation à basse température. À cela, d'autres exigences viennent s'ajouter en fonction de l'application visée.

---

a. qui est cependant toujours employé dans la fabrication d'électrodes de tungstène pour souder TIG.

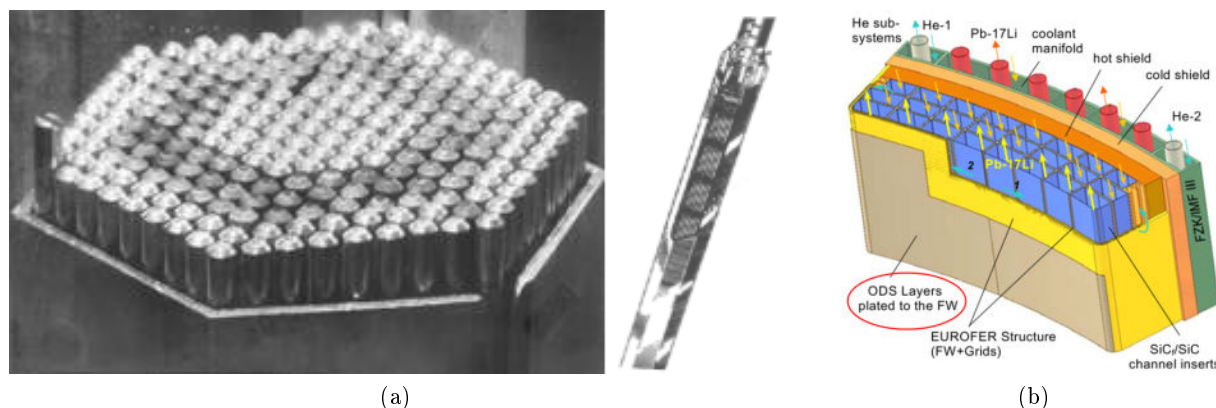


FIGURE 1.1 – Utilisation possible des aciers ODS dans l'industrie nucléaire. (a) assemblage combustible de type Superphénix constitué d'un tube hexagonal et de 217 aiguilles combustibles. (b) concept de *premier mur* (ou *First Wall*, FW) envisagé pour le réacteur de fusion DEMO [Boutard *et al.*, 2008].

Le cahier des charges qui accompagne le développement du gainage des RNR-Na de 4<sup>ème</sup> génération précise les exigences qui s'appliquent à la gaine combustible [Yvon et Carré, 2009]. Celle-ci doit ainsi :

- être aussi transparente que possible aux neutrons rapides,
- assurer efficacement le transfert thermique du combustible vers le fluide caloporteur,
- maintenir une stabilité géométrique la plus stricte possible,
- résister au fluage thermique à 650°C et au fluage d'irradiation,
- supporter une très forte dose d'irradiation,
- résister à la corrosion sous environnement sodium,
- conserver un bon niveau de ductilité à température ambiante,
- permettre un recyclage du combustible.

L'éventuelle dégradation des propriétés du matériau de gainage au cours de son maintien en réacteur dépend bien sûr de la durée de ce maintien. Le matériau retenu doit ainsi pouvoir conserver le plus longtemps possible les propriétés évoquées ci-dessus. L'objectif du développement des réacteurs RNR-Na impose au gainage de supporter une dose d'irradiation supérieure à 150 dpa [Dubuisson *et al.*, 2011], ce qui correspond à une durée de vie de l'ordre de 6 ans. Par ailleurs, la gaine de combustible est d'un côté soumise à la pression du fluide caloporteur et de l'autre à une pression interne due à la libération des gaz de fission liée à la réaction nucléaire. Nulle à la mise en service de la gaine, cette pression interne atteindra environ 100 bars en fin de cycle combustible. Au vu de la géométrie de la gaine, cela correspond à une contrainte orthoradiale de l'ordre de 100 MPa. En termes de fluage thermique, le cahier des charges qui oriente les actions de recherches menées au CEA sur le gainage combustible des futurs RNR-Na est le suivant : 650°C

– 100 MPa – 6 ans<sup>a</sup>. Le critère de qualification utilisé par les équipes du *Japan Nuclear Cycle* est légèrement différent, puisque il s’agit de garantir les propriétés du gainage pour une exposition à 700°C et 120 MPa pendant 100 000 h.

### 1.1.3 Les principales nuances d’aciers ODS développées

La composition chimique des principales nuances d’acier ODS développées au cours des quarante dernières années sont présentées dans le tableau 1.1. Sauf indication contraire, les compositions chimiques décrites dans ce mémoire sont exprimées en pourcentage massique (pds%). Parmi ces nuances, trois sont des nuances commerciales : les nuances MA956 et MA957 ont été produites par *Inco* et la nuance PM2000 par *Metallwerk Plansee*. Les autres nuances ont été élaborées par différentes équipes de recherche, principalement japonaises, américaines et européennes et ce exclusivement pour des applications de fission ou fusion nucléaires.

	Fe	Cr	Mo	W	Ti	Y <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Al	Référence
DT2203Y05	bal.	13	1,5	-	2,2	0,5	-	[De Bremaecker, 1994]
MA956	bal.	20	-	-	0,5	0,5	4,5	[Whittenberger, 1978]
MA957	bal.	14	0,3	-	1,0	0,25	-	[Asano <i>et al.</i> , 1988]
PM2000	bal.	20	-	-	0,5	0,5	5,5	[Sporer et Korb, 1992]
12YWT	bal.	12	-	3,0	0,4	0,25	-	[Kim <i>et al.</i> , 2003]
14YWT	bal.	14	-	3,0	0,4	0,25	-	[Miller <i>et al.</i> , 2005]
M11	bal.	9	-	2	0,2	0,35	-	[Ukai <i>et al.</i> , 2002a]
F4	bal.	12	-	2	0,3	0,24	-	[Ukai <i>et al.</i> , 2002b]
K1	bal.	19	-	0,3	0,3	0,3	-	[Kasada <i>et al.</i> , 2007]
K4	bal.	19	-	2	0,3	0,3	4	[Kasada <i>et al.</i> , 2007]
ODS Eurofer	bal.	9	-	1	-	0,3	-	[Lindau <i>et al.</i> , 2005]

Tableau 1.1 – Compositions (en pds%) des principales nuances d’aciers renforcés par dispersion d’oxydes.

Les compositions chimiques de ces nuances s’avèrent relativement proches. Ceci est dû en bonne partie à l’important travail des équipes japonaises qui ont abouti à une première optimisation des teneurs massiques des différents éléments sur la base des propriétés mécaniques obtenues [Ukai *et al.*, 1993a, Ukai *et al.*, 1997, Furukawa *et al.*, 2009]. Toutes ces nuances sont renforcées par utilisation d’oxydes d’yttrium Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> pour une teneur comprise entre 0,25% et 0,35% pour les nuances les plus récentes. Comme cela a été évoqué précédemment, l’yttrium a une très grande stabilité en température, due à une enthalpie de formation très basse [Zhong *et al.*, 2012]. Le renforcement par l’yttrium (Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) s’avère meilleur qu’avec du titane (TiO<sub>2</sub>) ou de l’aluminium (Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) [Kang *et al.*, 1996]. Le rôle des autres éléments d’alliage est décrit ci-dessous.

a. soit 52 560 h

## Rôle des principaux éléments d'alliages

### *Le chrome*

La teneur en chrome a un rôle particulièrement important. Elle permet notamment de distinguer nuances ferritiques et nuances martensitiques.

Les nuances ferritiques contiennent entre 14% et 20% de chrome. Cette teneur élevée leur confère une très bonne résistance à la corrosion, ce qui est un atout pour la tenue en service, comme pour le retraitement du combustible<sup>a</sup>. En revanche, elle les rend susceptibles de subir une fragilisation au cours d'un maintien prolongé à haute température (phénomène de vieillissement thermique). L'apparition d'une phase  $\alpha'$  riche en chrome par démixion  $\alpha$ - $\alpha'$  est ainsi possible [Lee *et al.*, 2007, Capdevila *et al.*, 2008]. Cette démixion est d'ailleurs accélérée sous irradiation neutronique puisque l'irradiation favorise la diffusion [Mathon *et al.*, 2004]. Elle se présente sous la forme d'amas nanométriques riches en chrome et semi-cohérents avec la matrice [Ribis et Lozano-Perez, 2012]. Le vieillissement thermique se traduit également par la précipitation de phases  $\sigma$  ou  $\chi$ , riches en chrome et tungstène (ou molybdène) qui fragilisent également le matériau [Zakine *et al.*, 1996b, Grot et Spruiell, 1975].

Les nuances martensitiques contiennent entre 9% et 12% de chrome. Elles ont une moins bonne résistance à la corrosion mais sont plus faciles à mettre en œuvre, grâce à la transformation de phase  $\alpha \leftrightarrow \gamma$  [Ukai *et al.*, 1997, Toualbi *et al.*, 2011]. Cette transformation se produit à haute température, entre 850°C et 1000°C selon les teneurs en éléments  $\alpha$ -gènes. Elle s'accompagne en revanche d'une augmentation de volume qu'il faut prendre en compte en cas de hausse brutale de la température du cœur du réacteur, et notamment en situation accidentelle.

### *Le tungstène et le molybdène*

La présence de tungstène a principalement un rôle de renforcement par solution solide de substitution [Kim *et al.*, 2003]. Il sert également à renforcer certaines nuances japonaises à 9% de chrome en augmentant la quantité de ferrite résiduelle dans la martensite [Narita *et al.*, 2011]. Un effet bénéfique du tungstène sur la ténacité a par ailleurs été remarqué sur des nuances à 8% de chrome [Shinozuka *et al.*, 2009a].

Le molybdène sert également de renforcement par solution solide. En revanche, il s'active fortement sous irradiation et il est de ce point de vue indésirable [Lindau *et al.*, 2005].

### *Le titane*

La présence de titane au sein des nuances du tableau 1.1<sup>b</sup> est primordiale puisqu'elle conduit à de meilleures propriétés mécaniques. Une équipe du *Japan Nuclear Cycle Development Institute* a en effet constaté il y a maintenant près de 20 ans que la combinaison de titane et d'yttrium conduisait à une dispersion plus fine (nano-renforts plus petits, densité plus importante), ainsi qu'à une meilleure résistance mécanique [Ukai *et al.*, 1993a]. Le titane modifie en effet la nature

---

a. qui implique un passage de la gaine en bain d'acide afin de dissoudre le combustible.

b. sauf la nuance ODS Eurofer, simplement basée sur la composition de l'Eurofer 97 avec ajout d' $\text{Y}_2\text{O}_3$ .

des renforts nanométriques présents dans le matériau consolidé. Il conduit à la formation de nano-particules qui ne sont pas des oxydes de type  $Y_2O_3$ , mais des nano-particules riches en yttrium, titane et oxygène (voir section 1.3.2).

### *L'aluminium*

L'aluminium est principalement présent dans les nuances à forte teneur en chrome. Il a pour rôle d'améliorer la résistance à la corrosion. Les nuances Fe-Cr-Al sont principalement développées pour les concepts de 4<sup>ème</sup> génération tels que le *Lead Fast Reactor* (LFR) ou le *Super Critical Water Power Reactor* (SCWFR) [Kasada *et al.*, 2005].

## 1.2 Fabrication des aciers renforcés par dispersion d'oxydes

Afin d'obtenir les meilleures propriétés mécaniques à haute température, la fabrication de nuances d'acier ODS Fe-Cr-W-Ti-Y doit en premier lieu répondre à la nécessité d'obtenir un matériau possédant une distribution homogène d'oxydes d'yttrium de taille nanométrique.

Différents procédés d'élaboration existent. Le premier d'entre eux est la métallurgie conventionnelle, par fonderie, qui consiste à incorporer une poudre d'oxydes nanométriques directement dans un bain de métal liquide [Lloyd, 1994]. Cette technique n'est cependant pas la plus efficace. Elle conduit premièrement à une finesse limitée des particules puisque celle-ci est déterminée par la granulométrie initiale de la poudre d'oxydes utilisée (des poudres de l'ordre de 20 nm sont disponibles dans le commerce). Par ailleurs la dispersion obtenue n'est pas suffisamment homogène puisque les particules ont tendance à s'agglomérer dans le bain de métal liquide. De ce fait, et bien que de récents progrès aient été obtenus sur l'élaboration d'aciers ODS par fonderie [Verhiest *et al.*, 2009], c'est la métallurgie des poudres qui constitue à l'heure actuelle leur principale voie de fabrication.

La fabrication d'aciers ODS par métallurgie des poudres se déroule schématiquement en deux étapes : l'étape de mécanosynthèse, qui permet d'obtenir une poudre finement broyée, et l'étape de consolidation, qui permet de transformer cette poudre en matériau complètement dense. Cette étape de consolidation a généralement lieu par extrusion à chaud ou compaction isostatique à chaud à une température comprise entre 850°C et 1100°C.

### 1.2.1 La mécanosynthèse

La mécanosynthèse est l'étape centrale du procédé de fabrication des matériaux ODS par métallurgie des poudres. Cette étape de broyage permet d'incorporer de manière homogène les renforts nanométriques au sein d'une poudre dont la composition correspond à celle de la nuance de base non renforcée [Benjamin, 1992]. Une poudre d'oxydes d'yttrium  $Y_2O_3$  et une poudre d'acier atomisé FeCrWTi sont placées avec des billes métalliques dans un conteneur, sous atmosphère contrôlée. L'ensemble est alors mis en mouvement, soit par rotation du conteneur (cas du broyeur à boulets), soit par rotation d'un axe vertical à bras (cas de l'attriteur). Les chocs bille/poudre/paroi induisent de grandes déformations au sein des grains de poudres qui vont successivement se fracturer et se ressouder tout au long du broyage. La figure 1.2 illustre l'état de ces grains de poudres avant et après broyage. Les principaux paramètres de la mécanosynthèse

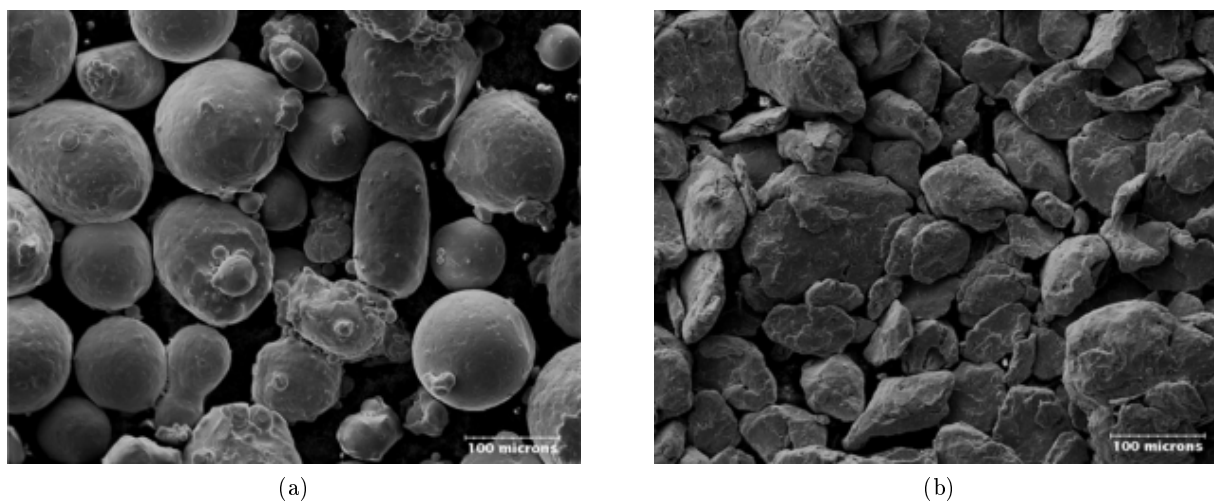


FIGURE 1.2 – Images MEB d’une poudre  $\text{FeCrWTi} + \text{Y}_2\text{O}_3$  (a) avant et (b) après l’étape de broyage [Olier *et al.*, 2011].

sont la température, l’atmosphère de broyage, la durée et l’intensité de celui-ci. La température, la durée et l’intensité du co-broyage influencent notamment la germination des nano-particules. L’atmosphère de broyage permet entre autres de contrôler la teneur en oxygène de la nuance produite.

### Germination et croissance des nano-renforts

Cette étape de broyage permet d’obtenir *in fine* des renforts dont la taille est inférieure à la taille initiale des oxydes introduits sous forme de poudre. Pour un broyage suffisamment long, un état stationnaire est atteint. Il est caractérisé par une dissolution des oxydes d’yttrium  $\text{Y}_2\text{O}_3$ , c’est-à-dire une remise en solution solide des atomes d’oxygène et d’yttrium [Okuda et Fujiwara, 1995, Alinger *et al.*, 2004]. Plus précisément, Brocq décrit cet état comme une solution solide sursaturée en Y et O à partir de laquelle une germination des nano-particules de 1 nm peut être détectée par sonde atomique tomographique [Brocq, 2010]. En présence de titane, ces germes s’avèrent être des amas d’atomes d’yttrium, de titane et d’oxygène Y-Ti-O. Couvrat a ainsi observé qu’un recuit de 5 min à 400°C permettait de faire apparaître ces germes en DNPA<sup>a</sup> alors qu’il n’avait pas pu en détecter après broyage [Couvrat, 2011]. Brocq montre par ailleurs qu’un recuit à 800°C provoque la germination totale de ces nano-particules en seulement 5 min, sans conduire à la croissance de ceux-ci, même après 1 h.

Brocq indique que la croissance des nano-particules est déclenchée lorsque la poudre est portée à plus de 800°C. Ainsi, plus la température à laquelle se produit la consolidation est élevée, plus la taille des nano-renforts sera importante. C’est ce qu’a observé Couvrat, indiquant précisément quelle taille de nano-particules il est possible d’atteindre en fonction de la température à laquelle

a. Diffraction des Neutrons aux Petits Angles.

a lieu l'étape de consolidation. Des particules de 2,5 nm sont typiquement obtenues pour les nuances de référence du CEA filées à 1100°C.

### Maîtrise de la teneur en oxygène

Afin d'obtenir les meilleures propriétés mécaniques possibles, il faut par ailleurs éviter toute contamination des poudres par l'oxygène [Ohtsuka *et al.*, 2004, Ohtsuka *et al.*, 2005]. Le broyage doit donc être réalisé sous atmosphère protectrice. L'argon est fréquemment employé, bien qu'il ait tendance à s'incorporer à la poudre et à se retrouver sous la forme de porosités au sein du matériau consolidé par compaction à chaud [Klimiankou *et al.*, 2004], ce qui est synonyme de propriétés de résilience limitées<sup>a</sup> [Olier *et al.*, 2009, Oksiuta *et al.*, 2011]. L'utilisation d'hydrogène est à privilégier puisqu'elle conduit à un matériau consolidé ayant une densité plus importante ainsi que de meilleures propriétés de résilience, sans pour autant affecter la morphologie et la distribution des nano-renforts [Oksiuta et Baluc, 2009, Couvrat, 2011, He *et al.*, 2011]. Par ailleurs, il est également possible de remplacer le broyage usuel  $\text{FeCrWTi} + \text{Y}_2\text{O}_3$  par un broyage du type  $\text{FeCr} + \text{Fe}_2\text{Ti} + \text{YFe}_3 + \text{Fe}_2\text{O}_3$ . Cela permet de contrôler la teneur en oxygène indépendamment des teneurs en titane et yttrium, sans modifier la taille et la densité des nano-particules [Brocq, 2010, Wen *et al.*, 2012].

#### 1.2.2 L'étape de consolidation

L'étape de consolidation permet de transformer une poudre en un matériau dense. Cela se fait généralement à haute température (1000 - 1100°C) et sous une importante contrainte mécanique. À ce jour, les deux procédés les plus répandus sont la compaction isostatique à chaud et l'extrusion à chaud. Ils sont détaillés ci-dessous. D'autres procédés, comme le *Spark Plasma Sintering* [Sun *et al.*, 2012] sont également étudiés.

#### Consolidation par extrusion à chaud

La méthode la plus adaptée à la fabrication de gaines combustibles est l'extrusion à chaud, ou filage. Elle consiste à contraindre le passage de la poudre dans une filière de faible diamètre. Pour cela, la poudre est placée au sein d'un conteneur cylindrique appelé *billette*. Avant filage, cette billette subit éventuellement une étape de dégazage ayant pour but de limiter la présence de porosités dans le matériau final. L'extrusion à chaud est illustrée par la figure 1.3. Elle permet de réaliser soit des tubes, appelés à ce stade ébauches de tubes, soit des produits pleins dont la section peut être circulaire ou rectangulaire selon la géométrie de la filière. On parle alors de barre ou de larget. Cette étape de consolidation se décompose en une première phase de compaction, qui conduit déjà à l'obtention d'un matériau dense, puis une seconde phase correspondant au passage dans la filière [Sornin, 2010]. La présence du conteneur en acier doux au cours du filage présente plusieurs avantages. Il constitue en effet une couche de protection de l'acier déjà consolidé au moment où il subit les déformations les plus importantes. Les simulations numériques du procédé de filage menées par Sornin montrent ainsi que la présence de cette gaine évite au matériau de subir de trop forts gradients de déformation. Par ailleurs, cette couche protectrice empêche tout

---

a. température de transition ductile-fragile élevée, palier ductile caractérisé par une faible énergie.



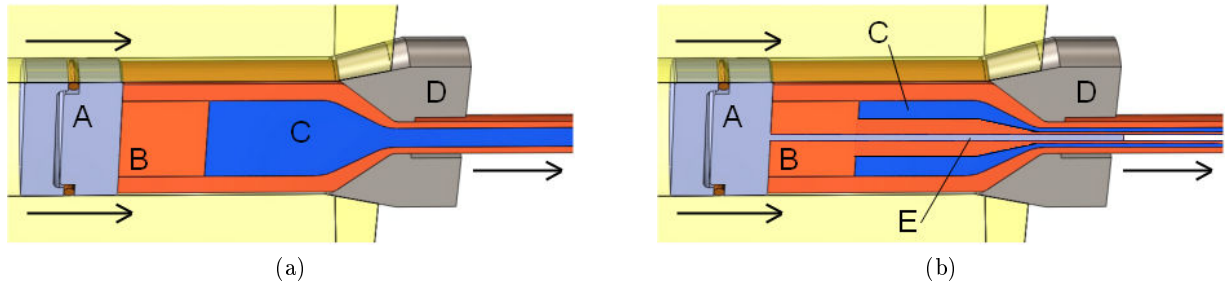


FIGURE 1.3 – Illustration du procédé d'extrusion à chaud. (a) Filage d'une barre. (b) Filage sur aiguille d'une ébauche de tube. (A) Grain de poussée (élément mis en mouvement sous l'action de vérin de la presse à filer), (B) billette, (C) matériau en cours de consolidation, (D) filière, (E) aiguille. Les flèches symbolisent le déplacement du grain de poussée (en amont) et du matériau consolidé (en aval). D'après [Sornin, 2010].

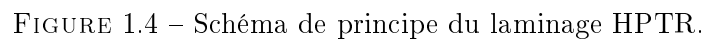
contact direct avec la presse à filer, ou avec le lubrifiant employé (graphite ou verre), ce qui limite la pollution par diffusion d'éléments extérieurs vers la nuance renforcée.

### Consolidation par compaction isostatique à chaud

Un second procédé de consolidation est également largement employé. Il s'agit de la compaction isostatique à chaud (CIC) qui consiste à appliquer une forte pression hydrostatique (100 à 200 MPa) à la poudre à une température similaire à celle du filage pendant une durée de l'ordre de 2 à 4 h. Plus simple à mettre en œuvre, ce procédé est fréquemment employé en laboratoire pour la fabrication de petites quantités de matière. Il est également largement employé dans la fabrication de nuances ODS pour des applications de fusion, pour lesquelles des produits longs ne sont pas nécessaires [Baluc *et al.*, 2011].

#### 1.2.3 La mise en forme des tubes

La géométrie finale des gaines de combustible s'obtient par une succession de passes de laminage à froid effectuées au sein d'un laminoir HPTR (pour *High Pressure Tube Reduction*) [Huml et Fogelholm, 1994]. Pour cette étape, la gaine entourant l'ébauche de tube est au préalable dissoute par attaque chimique. Le schéma de principe de ce laminage est décrit par la figure 1.4. Les galets se déplacent de quelques centaines de millimètres le long du tube tout en comprimant celui-ci. Durant cette phase, l'épaisseur et le diamètre du tube sont réduits. La présence du mandrin permet de calibrer le diamètre interne. Les galets reviennent alors en place, l'ébauche de tube avance légèrement tout en effectuant une petite rotation sur elle-même et le cycle reprend. Les passes de laminage sont entrecoupées de traitements thermiques inter-passes permettant de diminuer la dureté du matériau [Toualbi *et al.*, 2011]. Ce procédé permet d'atteindre la géométrie envisagée, à savoir une épaisseur de 0,5 mm pour un diamètre externe de 10,73 mm. Cette étape de laminage à froid des tubes est extrêmement délicate du fait de la dureté très importante des



nuances obtenues par extrusion à chaud (proche de 400 H<sub>v</sub> à température ambiante).

### 1.3 Microstructure des aciers ODS

Bien qu'elles dépendent fortement du procédé de mise en forme retenu, les microstructures des nuances d'acier ODS FeCrWTiY possèdent trois caractéristiques principales qui sont (i) la dispersion de nano-renforts, (ii) la taille et la forme des grains et (iii) la texture cristallographique.

#### 1.3.1 Les différentes familles de particules identifiées

Au sein des nuances d'acier ODS les plus récentes, la densité de nano-renforts Y-Ti-O atteint des valeurs comprises entre  $10^{22} \text{ m}^{-3}$  et  $10^{24} \text{ m}^{-3}$  pour des diamètres moyens de l'ordre de 2 nm à 4 nm. Cependant, il est important de noter que (i) la population de particules au sein de ces nuances ne se limite pas aux nano-oxydes et que (ii) ces derniers n'ont pas tous la même composition chimique.

La figure 1.5a est une observation effectuée au microscope électronique en transmission (MET) d'une réplique extractive issue de la nuance MA957 [Sakasegawa *et al.*, 2009]. On y observe trois types de précipités différents : des  $\text{Y}_x\text{Ti}_y\text{O}_z$ , des  $\text{Y}_2\text{Ti}_2\text{O}_7$  ainsi que de plus gros oxydes agrégés. Au total, cinq familles de particules ont été répertoriées par Sakasegawa *et al.*. Ces analyses ont été effectuées soit par diffraction des rayons X (DRX) sur résidus extraits par dissolution chimique de la matrice, soit par spectroscopie en dispersion d'énergie (EDS) sur des répliques extractives observées au MET. Les cinq familles identifiées sont classées en fonction de leur taille dans la figure 1.5b, celle-ci allant du nanomètre jusqu'au micromètre.

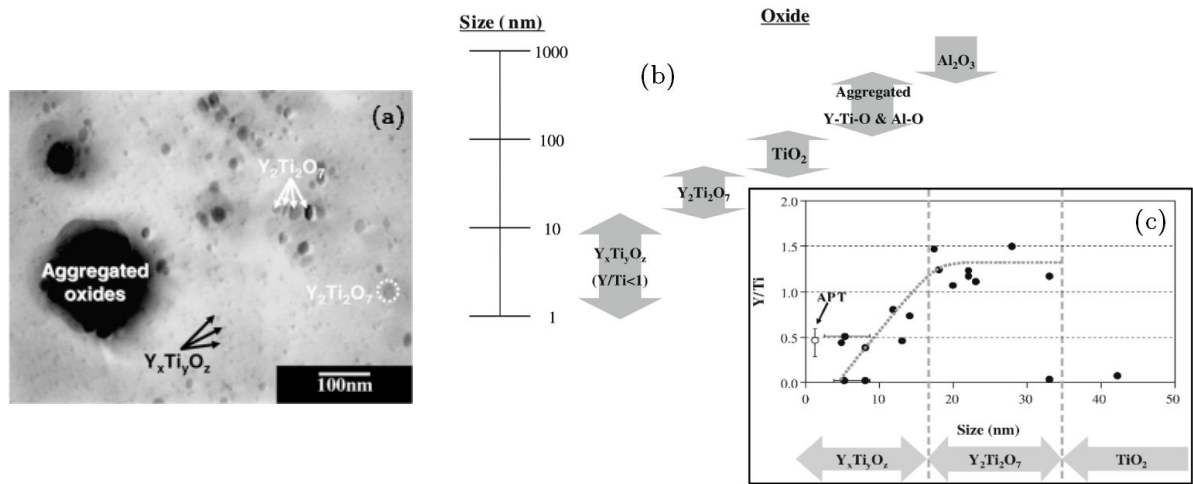


FIGURE 1.5 – Analyse des particules contenues dans le MA957. (a) Image MET d'une réplique extractive. (b) Illustration de la distribution de taille des différents types de particules observées. (c) Évolution du rapport Y/Ti en fonction de la taille de particules. [Sakasegawa *et al.*, 2009]

### Les précipités micrométriques

De manière générale, les particules de plus de quelques dizaines de nanomètres ne participent que faiblement au durcissement du matériau. Elles peuvent en revanche favoriser l'endommagement du matériau. De ce fait, elles sont indésirables au sein des aciers ODS. Dans la nuance MA957 étudiée par Sakasegawa *et al.*, les plus grosses particules sont des oxydes d'aluminium  $\text{Al}_2\text{O}_3$  microniques. Elles sont d'autant plus indésirables que l'aluminium ne fait pas partie de la composition de base du MA957. Il s'agit donc d'une pollution qui a deux origines possibles. La première est une contamination durant l'élaboration de l'alliage pré-allié qui a par la suite été atomisé. L'aluminium est en effet utilisé afin de réduire la quantité d'oxygène dissout dans le bain d'acier liquide. La seconde est liée à la présence d'aluminium au sein des attriteurs employés pour le broyage (des poudres contenant de l'aluminium ayant pu être antérieurement broyées au sein des mêmes attriteurs).

### Les gros précipités de titane

Si on laisse de côté les quelques agglomérats Y-Ti-O+Al-O identifiés par Sakasegawa *et al.*, la seconde famille de particules indésirables identifiée correspond aux oxydes de titane  $\text{TiO}_2$ . Leur taille est de l'ordre de 100 nm. Leur présence n'est pas liée à une pollution puisque titane et oxygène font partie de la composition chimique de base. Cette population se localise généralement aux joints de grains et a un rôle néfaste en termes de ductilité [Kasada *et al.*, 2011]. Elle indique que tous les atomes de titane ne s'associent pas nécessairement avec des atomes d'yttrium, pour former les plus fines des particules. Un apport externe d'oxygène se traduisant par une oxydation du titane à la surface des grains de poudre au cours de l'étape de broyage est une explication possible [Sakasegawa *et al.*, 2006]. Un soin particulier apporté par Brocq au contrôle de l'oxygène en cours de broyage n'a cependant pas permis d'éviter la formation de ces oxydes de titane [Brocq *et al.*, 2011]. Une teneur globale trop élevée en titane, une association Y-Ti(-O) pas assez favorisée ou encore un défaut local en atomes d'yttrium sont peut-être à mettre en cause. À l'inverse, les auteurs n'identifient pas d'association du type Y-O susceptible d'indiquer une déplétion en titane. La présence de particules d'yttria  $\text{Y}_2\text{O}_3$  n'est rapportée dans la littérature qu'au sein de nuances ne contenant pas du tout de titane [Klimiankou *et al.*, 2003] ou encore après traitement thermique d'1 h à 1300°C sur une nuance 14Cr-1W-0.3Ti [Ribis et de Carlan, 2012].

### Les particules nanométriques

Toujours sur la figure 1.5b, il apparaît qu'au sein de la nuance MA957 les nano-particules à proprement parler — celles dont le diamètre  $d$  est inférieur à une trentaine de nanomètres — ont des compositions variées : de type Y-Ti-O non stœchiométrique pour les plus fines ( $1 \text{ nm} \leq d \leq 15 \text{ nm}$ ) et de structure pyrochlore  $\text{Y}_2\text{Ti}_2\text{O}_7$  pour les plus importantes ( $15 \text{ nm} \leq d \leq 35 \text{ nm}$ ). La nature précise des nano-renforts est une question qui est abordée dans de nombreuses études — tout comme le degré de cohérence de ces nano-renforts avec la matrice — et qui n'est pas encore totalement tranchée. Elle est étudiée en détail dans la partie 1.3.2. La figure 1.6 contient trois clichés MET mettant en évidence la distribution des nano-renforts au sein de trois nuances de la littérature. Les nano-particules sont présentes à la fois à l'intérieur des grains et sur les joints de

grains. Des densités de l'ordre de  $10^{23} - 10^{24} \text{ m}^{-3}$  et des distances inter-particules de quelques dizaines de nanomètres sont généralement rapportées dans la littérature<sup>a</sup>.

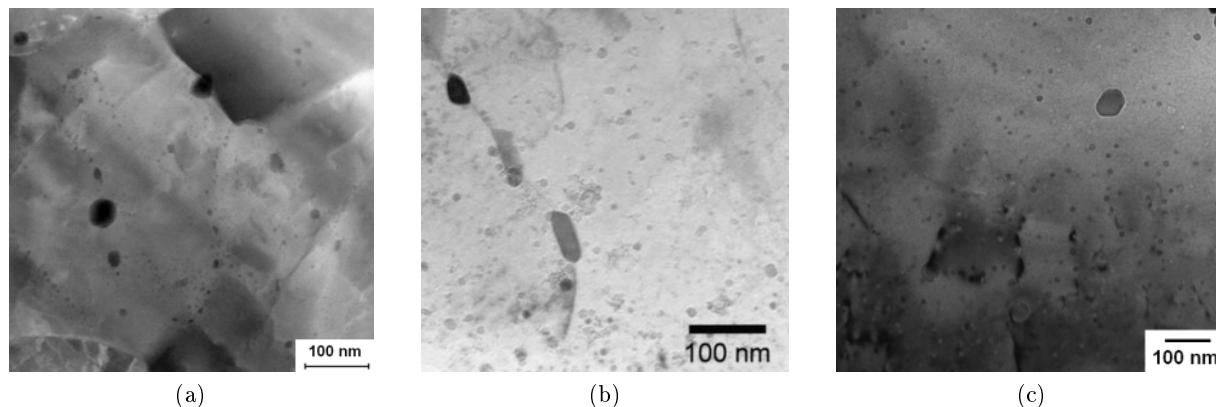


FIGURE 1.6 – Nano-particules observées en microscopie électronique en transmission sur différentes nuances de la littérature. (a) 14YWT (14Cr) [Brandes *et al.*, 2012]. (b) J1 (9Cr) [Shinozuka *et al.*, 2009a]. (c) K3 (16Cr) [Kimura *et al.*, 2007].

## Les carbures

Des carbures de type  $\text{M}_{23}\text{C}_6$  ont été observés dans des aciers ODS à 9% [Ramar *et al.*, 2009], 14% [Olier *et al.*, 2011] et 19% de chrome [Kasada *et al.*, 2007] sous la forme de précipités principalement situés aux joints de grains. Le carbone nécessaire à la formation de ces phases provient d'une contamination en cours de broyage, comme l'ont révélé des analyses de composition avant et après broyage [Olier *et al.*, 2011]. La maîtrise de cette contamination ou l'application d'un traitement thermique adéquat [Klimiankou *et al.*, 2007] doit permettre d'éviter la présence de ces phases qui peuvent fortement réduire les propriétés de résilience.

### 1.3.2 Nature et structure des nano-renforts

Cette section s'intéresse à la nature des nano-particules présentes dans les nuances d'aciers renforcés de type  $\text{FeCrW}(\text{Ti})\text{Y}$ . Nous l'avons évoqué plus haut, ces nano-particules sont du type  $\text{Y}_x\text{Ti}_y\text{O}_z$  (en présence de titane) ou  $\text{Y}_x\text{O}_z$  (en absence de titane). Différentes méthodes expérimentales permettent de les caractériser.

### Analyse de répliques extractives ou de résidus d'attaque chimique par DRX et EDS

Les premiers travaux indiquant l'existence de particules de type  $\text{Y}_2\text{Ti}_2\text{O}_7$  ( $\text{Y}_2\text{O}_3 + 2\text{TiO}_3$ ) ou  $\text{Y}_2\text{TiO}_5$  ( $\text{Y}_2\text{O}_3 + \text{TiO}_3$ ) sont basés sur l'étude de résidus extraits par dissolution chimique de la

a. Les densité et taille moyennes des particules sont décrites plus précisément dans le chapitre 2.

matrice. Des analyses par diffraction des rayons X sur des nuances à 13% de chrome font apparaître des pics de diffraction correspondant à ces deux structures cristallines [Ukai *et al.*, 1993a, Okuda et Fujiwara, 1995]. La réalisation de pointés par spectroscopie en dispersion d'énergie (EDS) permet de définir le rapport Y/Ti entre le nombre d'atomes d'yttrium et le nombre d'atomes de titane présents au sein de chaque nano-renfort. Elle permet donc de distinguer  $\text{Y}_2\text{Ti}_2\text{O}_7$  (Y/Ti = 1) et  $\text{Y}_2\text{TiO}_5$  (Y/Ti = 2) et même  $\text{Y}_2\text{O}_3$  [Ohtsuka *et al.*, 2004]. En étudiant ce rapport Y/Ti dans quatre tubes de gainage en ODS Fe-12Cr-2W avec des teneurs en yttrium et en titane variées, Ukai *et al.* [Ukai *et al.*, 2002b] ont montré que la nuance ayant la meilleure résistance au fluage était celle possédant la distribution la plus fine de particules. Ces particules sont de type  $\alpha\text{Y}_2\text{TiO}_5$ <sup>a</sup> et ont un diamètre moyen de seulement 2,7 nm. Les trois autres nuances se sont avérées renforcées par dispersion d' $\text{Y}_2\text{Ti}_2\text{O}_7$  dont le diamètre moyen était près de deux fois supérieur (compris entre 4,3 à 6,0 nm). La corrélation entre la valeur du rapport Y/Ti et la taille des nano-renforts présentée dans la figure 1.5c et indiquant que les plus petites particules ont un rapport Y/Ti inférieur à 1 ne semble donc pas valable pour toutes les nuances. Des pointés EDS effectués sur des répliques extractives d'une nuance à 12% de chrome conduisent à une valeur moyenne du rapport Y/Ti de 1,5 [Yamashita *et al.*, 2004]. Les auteurs en concluent que les nano-particules ont des compositions variées, non stoechiométriques, proches des structures à l'équilibre  $\text{Y}_2\text{Ti}_2\text{O}_7$  et  $\text{Y}_2\text{TiO}_5$ .

### Analyse par Microscopie Électronique en Transmission à Haute Résolution

Avec le développement de la microscopie électronique en transmission à haute résolution (MET-HR), il est possible d'imager des particules de seulement quelques nanomètres de diamètre (typiquement 4 à 5 nm). Une fois ces particules repérées, elles sont identifiées soit par détermination de leur composition chimique, soit par détermination de leur structure cristalline. La composition chimique peut être déterminée par analyse EDS ou encore par utilisation de l'EFTEM<sup>b</sup>. La structure cristalline est quant à elle identifiée par mesure de distances inter-réticulaires à partir de clichés de diffraction. Les premières nano-particules observées par MET-HR ont été des particules d' $\text{Y}_2\text{O}_3$  au sein de l'ODS Eurofer, qui ne contient pas de titane [Klimiankou *et al.*, 2003]. Sur une nuance très proche contenant 0,2% de titane, les mêmes auteurs n'observent plus d' $\text{Y}_2\text{O}_3$ . Seules des particules d' $\text{Y}_2\text{Ti}_2\text{O}_7$  sont identifiées (voir figure 1.7a). Des nano-particules d' $\text{Y}_2\text{Ti}_2\text{O}_7$  ont également été identifiées par MET-HR dans les nuances de référence développées au CEA, par Couvrat dans la nuance à 18% de chrome (voir figure 1.7b), et par Ribis [Ribis et de Carlan, 2012] dans la nuance à 14% de chrome (après un traitement thermique à 1300°C). En se basant sur l'analyse de nano-particules de l'ordre de 5 nm de diamètre, les quelques études menées par MET-HR sur les nuances d'aciers ODS *modernes* se font ainsi principalement l'écho de la présence d' $\text{Y}_2\text{Ti}_2\text{O}_7$ .

### Analyse par Sonde Atomique Tomographique

L'utilisation de la sonde atomique tomographique (SAT) permet de détecter et d'analyser des particules de seulement 1 à 2 nm de diamètre. Les premières caractérisations ont été réalisées sur la

a. c'est à dire des particules  $\text{Y}_2\text{TiO}_5$  à structure cubique centrée.

b. Energy-Filtered Transmission Electron Microscopy.

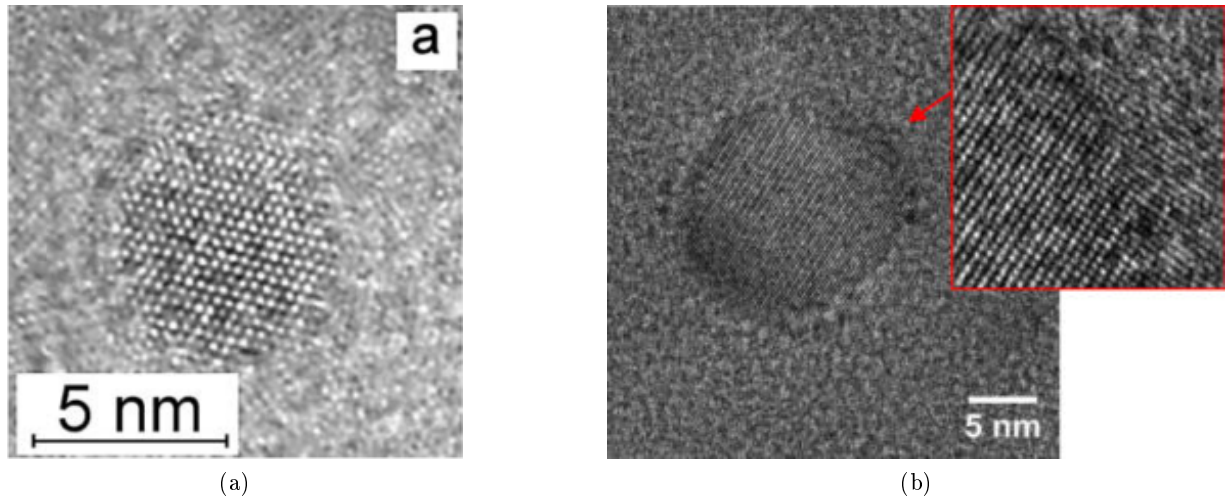


FIGURE 1.7 – Images MET Haute Résolution de particules d' $\text{Y}_2\text{Ti}_2\text{O}_7$  observées au sein d'aciers ODS (a) Fe-9Cr-2W-0,2Ti-0,3Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> [Klimiankou *et al.*, 2004] et (b) Fe-18Cr-1W-0,3Ti-0,3Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> [Couvrat, 2011].

nuance 12YWT [Larson *et al.*, 2001, Miller *et al.*, 2003]. Les résultats obtenus par cette méthode sont illustrés dans la figure 1.8. Ils diffèrent des résultats obtenus par MET-HR dans le sens où ils révèlent principalement l'existence d'amas d' $\text{Y}_x\text{Ti}_y\text{O}_z$  non stœchiométriques [Miller *et al.*, 2005, Miller *et al.*, 2006]. Ils indiquent par ailleurs que ces nano-clusters contiennent également des atomes de fer et de chrome. En essayant de s'affranchir de l'artefact de reconstruction lié à une différence d'évaporation entre les phases riches en oxygène et la matrice [Marquis, 2008], Brocq évalue la teneur moyenne en fer des nano-renforts entre 21 et 35 at% et une teneur en chrome entre 5 et 10 at% [Brocq, 2010]. La question de la présence ou non de fer au sein des nano-renforts n'est cependant pas tranchée [Wu *et al.*, 2012].

### Analyse par Diffusion de Neutrons aux Petits Angles

L'utilisation combinée de la DNPA et de la DXPA — respectivement Diffusion de Neutrons et de rayons X aux Petits Angles — permet à Ohnuma d'identifier la présence d' $\text{Y}_2\text{Ti}_2\text{O}_7$  dans des nuances 9Cr [Ohnuma *et al.*, 2009]. Alinger identifie également ce type de nano-renforts par DNPA dans les nuances MA957 et 12YWT à plus forte teneur en chrome [Alinger *et al.*, 2009]. Il observe également la présence d' $\text{Y}_2\text{TiO}_5$ .

### Analyse de la cohérence des nano-renforts

Au-delà de la composition précise des nano-particules, leur degré de cohérence avec la matrice est important. Il influence notamment les mécanismes d'interaction entre particules et dislocations, et donc le comportement mécanique du matériau. Seules les études par MET-HR directement sur matériaux consolidés permettent de constater une éventuelle cohérence, semi-cohérence

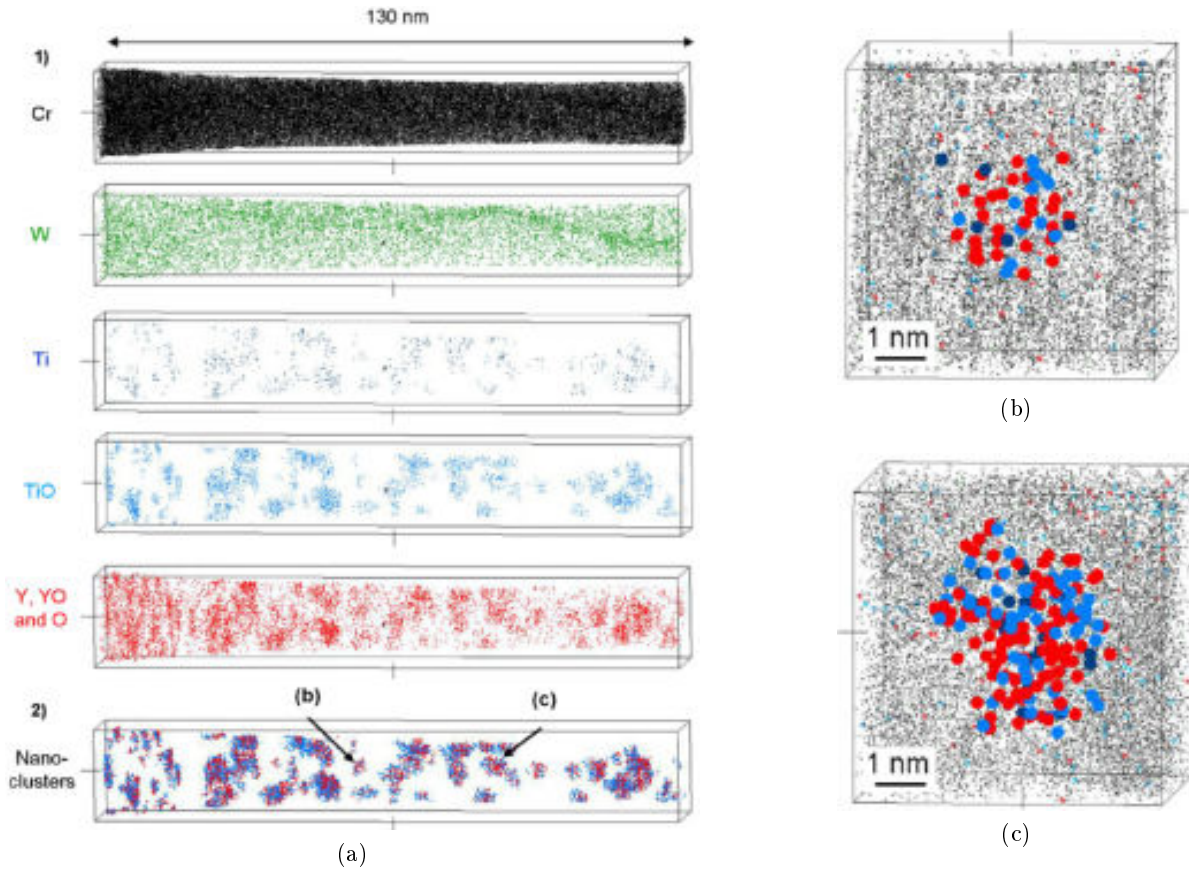


FIGURE 1.8 – Reconstructions par SAT 3D d'un acier ODS Fe-14Cr-2W-1Ti-0,8Y-0,2O issues de [Brocq *et al.*, 2011]. (a) Cartographie des espèces Cr, W, Ti, TiO, Y, YO et O (1) et reconstitution des nano-clusters (2) au sein de la pointe analysée. Les flèches indiquent les deux nano-clusters reconstruits dans (b) et (c). Les différents éléments sont repérés par les couleurs suivantes : rouge pour Y, YO et O, bleu clair pour TiO et bleu foncé pour Ti.



ou incohérence entre les nano-renforts et la matrice cubique centrée des nuances ferritiques ou martensitiques.

Klimiankou *et al.* [Klimiankou *et al.*, 2003] ont été les premiers à observer une corrélation d'orientation entre la matrice et les nano-renforts de type  $Y_2O_3$  dans une nuance à 9% de chrome sans titane (ODS Eurofer)<sup>a</sup>. À l'inverse, Yamashita *et al.* ont observé les nano-particules de type  $Y_2O_3$  sur tube 12Cr et n'ont pas remarqué de cohérence particulière entre particules et matrice [Yamashita *et al.*, 2004]. Couvrat [Couvrat, 2011] a étudié les nano-particules présentes au sein d'une nuance ODS à 18% de chrome. Il a tout d'abord observé des nano-particules dont le diamètre est compris entre 4 nm et 8 nm. Il note que leur structure cristalline est semblable à celle d'une phase  $Y_2Ti_2O_7$  qui serait légèrement déformée dans une direction pour assurer un certain degré de cohérence avec la matrice. En se basant sur la mesure de distances inter-réticulaires (par étude de franges de moiré), il indique que les nano-renforts faisant entre 2 nm et 3 nm de diamètre sont également semi-cohérents et ont une structure cristalline peu éloignée de celle d' $Y_2Ti_2O_7$ . Ribis *et al.* se sont intéressés à l'évolution des nano-particules d'un acier ODS Fe-14Cr-W-Ti après un traitement thermique d'1 h à 1300°C [Ribis et de Carlan, 2012]. Avant traitement thermique, les phases *parents* sont globalement sphériques mais sont très difficiles à imager du fait de leur très petite taille (de l'ordre de 1 nm). Le traitement thermique s'accompagne d'une croissance de ces phases. Les phases *filles* ont alors un diamètre supérieur à 2 nm. La majorité des particules s'avèrent être des particules d' $Y_2Ti_2O_7$  de structure cristalline cubique à face centrée dont la forme n'est plus sphérique mais cubique. Ces particules apparaissent par ailleurs semi-cohérentes avec la matrice. Des dislocations d'accommodation entre les deux réseaux (dislocations dites de *misfit*) sont présentes. L'orientation de ces particules est décrite par une relation de type *cube sur cube* avec la matrice. Du fait de cette relation d'orientation particulière et de la transition morphologique d'une sphère vers un cube observée, les auteurs indiquent que les nano-renforts  $Y_xTi_yO_z$  initialement présents (avant croissance par traitement thermique) sont très probablement cohérents avec la matrice.

### Cohérence et énergie interfaciale

Ribis détermine par ailleurs l'énergie interfaciale<sup>b</sup> de l' $Y_2Ti_2O_7$  ( $260 \text{ mJ} \cdot \text{m}^{-2}$ ), qui apparaît inférieure à celle de l' $Y_2O_3$  ( $350 \text{ mJ} \cdot \text{m}^{-2}$ ). Cela explique la différence de comportement de ces systèmes à haute température : les nano-renforts de type  $Y_xTi_yO_z$  ont une croissance très limitée par rapport aux renforts  $Y_xO_z$  (présents dans les nuances sans titane), ce qui permet de maintenir les propriétés du matériau à plus haute température. L'absence de cohérence observée sur certains gainages ODS [Yamashita *et al.*, 2004] peut alors s'expliquer. Ces matériaux ont en effet subi au cours de leur fabrication une recristallisation, or il a été montré [Yazawa *et al.*, 2004] qu'une recristallisation pouvait entraîner une perte de cohérence. Par ailleurs, il apparaît qu'une transformation de phase (de type  $\alpha \rightarrow \gamma$  par exemple) peut également entraîner une perte de cohérence de l'interface particule/matrice [Yamamoto *et al.*, 2011]. Ainsi, en plus d'avoir un rôle majeur en ce qui concerne la taille des nano-particules présentes dans le matériau à l'état de

a. du type  $[110]_{Y_2O_3} \parallel [111]_{matrice}$  et  $(\bar{1}\bar{1}\bar{1})_{Y_2O_3} \parallel (\bar{1}\bar{1}0)_{matrice}$ .

b. L'énergie d'interface d'une particule définit son degré de cohérence avec la matrice. L'interface est cohérente pour une énergie faible (entre 5 et  $200 \text{ mJ} \cdot \text{m}^{-2}$ ), semi-cohérente pour une énergie comprise entre 200 et  $800 \text{ mJ} \cdot \text{m}^{-2}$  et incohérente au-delà (entre 800 et  $2500 \text{ mJ} \cdot \text{m}^{-2}$ ).

réception, le processus de fabrication est susceptible de modifier la nature de l'interface entre la matrice et les particules, et donc l'évolution future de ces particules au cours d'un maintien à haute température.

### Analyse de la structure cœur/coquille des nano-renforts

Les nano-particules semblent par ailleurs avoir une structure cœur-coquille, avec un cœur enrichi en yttrium, titane et oxygène et une enveloppe enrichie en chrome (voir figure 1.9). Cette structure a été mise en évidence par SAT [Marquis, 2008], par EFTEM [Lozano-Perez *et al.*, 2009] et par spectroscopie par pertes d'énergie d'électrons (EELS) [Couvrat, 2011] sur certains nano-renforts de plus de 5 nm de diamètre. Hirata *et al.* [Hirata *et al.*, 2011] ont observé ce genre de structure par HAADF-STEM<sup>a</sup> sur des particules de seulement 2 à 3 nm. Ils observent une cohérence importante de la coquille avec la matrice et décrivent par ailleurs le cœur de la particule comme une structure fortement lacunaire (concentration en lacunes de l'ordre de 10 at%).

En se basant sur l'étude d'une nuance enrichie en aluminium Fe-16Cr-4Al-2W-0,3Ti-0,3Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, Hsiung *et al.* [Hsiung *et al.*, 2010, Hsiung *et al.*, 2011] proposent un mécanisme de formation des nano-précipités<sup>b</sup> expliquant qu'une structure cœur-coquille soit parfois observée, notamment pour les plus grosses particules. Celle-ci apparaît instable puisqu'elle disparaît après un traitement thermique de 168 h à 900°C.

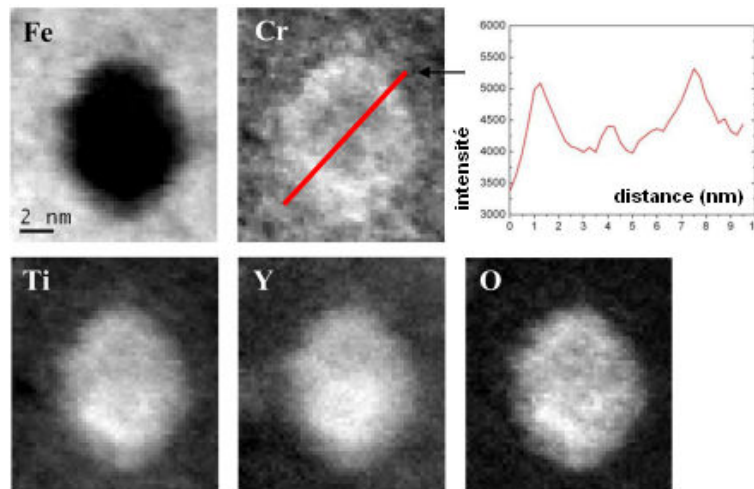


FIGURE 1.9 – Cartographie élémentaire par perte d'énergie d'un précipité de diamètre 8 nm mettant en évidence une coquille riche en chrome [Couvrat, 2011].

a. High Angle Annular Dark Field Scanning Transmission Electron Microscopy.

b. par nucléation d'une phase cristalline au sein d'une phase d'oxyde amorphe.

## Bilan

Les nano-renforts observés dans les différentes nuances d’aciers ODS FeCrWTiY étudiés pour des applications nucléaires s’avèrent similaires. Les résultats rapportés ici semblent démontrer que ces nano-renforts sont initialement des composés Y-Ti-O très probablement cohérents avec la matrice. Ils évoluent pour partie vers une structure stable de type  $Y_2Ti_2O_7$  qui reste semi-cohérente. La faible énergie d’interface associée à cette (semi-)cohérence contribue à la grande stabilité de ces renforts à haute température.

### 1.3.3 Morphologie des grains

La microstructure obtenue après consolidation dépend fortement de la composition chimique initiale du matériau ainsi que de la température et du choix du procédé de consolidation.

#### Influence des nano-renforts

He *et al.* ont récemment montré que la taille de grains après consolidation de nuances Fe-13,5Cr-2W dépendait de la distribution des particules présentes au sein de ces nuances, et donc de la composition de ces nuances [He *et al.*, 2011]. Ainsi, après consolidation par CIC, la taille de grains la plus fine est observée sur la nuance dont les précipités sont les plus fins. À l’inverse, le matériau de base sans renfort présente la microstructure la plus grossière. Plus précisément, Couvrat montre que les précipités jouent un rôle sur la croissance des grains dès l’étape de montée en température, c’est-à-dire avant même la consolidation [Couvrat, 2011]. Puisque les nano-renforts germent et croissent en température en un temps très court (voir section 1.2.1), leur présence ralentit la croissance *statique* des grains au cours du réchauffage de la poudre. La taille de grains avant consolidation est donc, d’une part, influencée par la germination/croissance des nano-renforts (qui dépend de la composition initiale) et, d’autre part, par l’historique de température subi. Pour une même nuance de poudre, plus la poudre atteint une température élevée et plus le maintien à cette température est prolongé, plus la croissance des grains sera importante.

#### Influence du procédé

Le choix du procédé de consolidation a également un impact sur la microstructure du matériau obtenu. La compaction isostatique à chaud conduit à l’obtention de grains équiaxes alors que l’extrusion à chaud conduit à un allongement des grains dans la direction de filage. La microstructure typique d’un acier ODS filé à chaud est présentée dans la figure 1.10. Les grains sont allongés dans le sens du filage et équiaxes dans une section transverse. Il est à noter que l’allongement des grains ne correspond généralement pas au rapport géométrique de déformation imposé au cours du filage. Il semble qu’une restauration dynamique se traduisant par un fractionnement des grains ait lieu au cours de l’extrusion à chaud, comme observé pour les métaux à forte énergie de faute d’empilement [Zubizarreta *et al.*, 2009, Couvrat, 2011]. Par ailleurs cet allongement de la microstructure n’est pas observé sur les nuances martensitiques, du fait de la transformation de phase  $\alpha \leftrightarrow \gamma$  qui conduit à une microstructure équiaxe [Toualbi *et al.*, 2011].

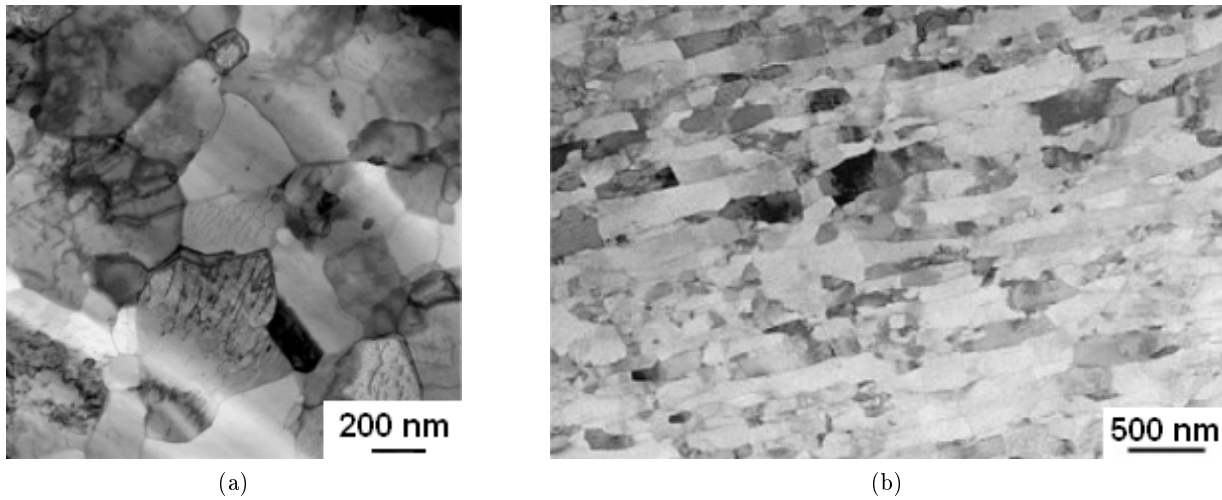


FIGURE 1.10 – Microstructure de la nuance 14YWT Fe-14Cr-3W-0,3Ti-0,25Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> consolidée par extrusion à 850°C observée par MET. Les grains sont globalement équiaxes dans une section transverse (a) et allongés dans la direction d’extrusion (b) [Hayashi *et al.*, 2008, Brandes *et al.*, 2012].

### Un mot sur la densité de dislocations

La figure 1.10a indique que des dislocations sont présentes au sein de certains grains de la nuance 14YWT [Brandes *et al.*, 2012]. Les autres grains contiennent également des dislocations, mais celles-ci ne sont pas visibles car elles ne sont pas dans les conditions (de Bragg) permettant une diffraction du faisceau d’électrons. Selon les procédés de fabrication des nuances ODS et selon les traitements thermo-mécaniques subis, la densité de dislocations est généralement comprise entre  $10^{13}$  et  $10^{16} \text{ m}^{-2}$ .

### 1.3.4 Texture cristallographique

La texture cristallographique d’un matériau polycristallin caractérise la distribution des orientations des grains le constituant. Lorsque cette distribution est aléatoire, le matériau est dit *non texturé*. Les grandes déformations subies par la matière au cours de certains procédés de mise en forme à chaud comme à froid induisent une rotation des mailles cristallines. Le matériau peut alors acquérir une texture cristallographique particulière.

La déformation à chaud du fer  $\alpha$  dans une direction particulière est caractérisée par l’apparition d’une texture de fibre  $\{110\}$  [Hösler *et al.*, 1991]. En grande majorité, les grains de ferrite subissent une réorientation impliquant qu’une des directions  $\langle 110 \rangle$  de leur maille cubique se retrouve alignée avec la direction d’extrusion (ou de laminage), que l’on note  $\langle 110 \rangle \parallel D_{extr}$  où  $D_{extr}$  désigne la direction d’extrusion. Cette texture de fibre particulière est appelée texture de fibre  $\alpha$ .

La texture développée au cours de la consolidation de la poudre dépend à la fois de la nuance consolidée, du procédé de consolidation employé et des éventuelles passes de laminage ultérieures. La consolidation de nuances ferritiques par extrusion à chaud induit une texture de fibre  $\alpha$

[Ukai *et al.*, 1993a], illustrée par la figure 1.11a. Ce n'est pas le cas pour les nuances martensitiques, qui présentent une texture quasi-isotrope après extrusion à chaud. La figure 1.11b présente cette absence de texture, qui est due à la transformation de phase à haute température. La figure 1.11c montre que l'utilisation d'une filière rectangulaire conduit à la présence de renforts latéraux. Ceux-ci ne sont pas observés dans les deux cas précédents, pour lesquels une géométrie ronde a été employée au cours de l'extrusion. La consolidation par CIC n'induit par ailleurs pas de réorientation particulière des grains. Les aciers ODS ainsi élaborés ne présentent donc pas de texture cristallographique particulière, sauf s'ils venaient à subir une étape ultérieure de laminage [Alamo *et al.*, 1992, Okada *et al.*, 1996, Ukai *et al.*, 1997].

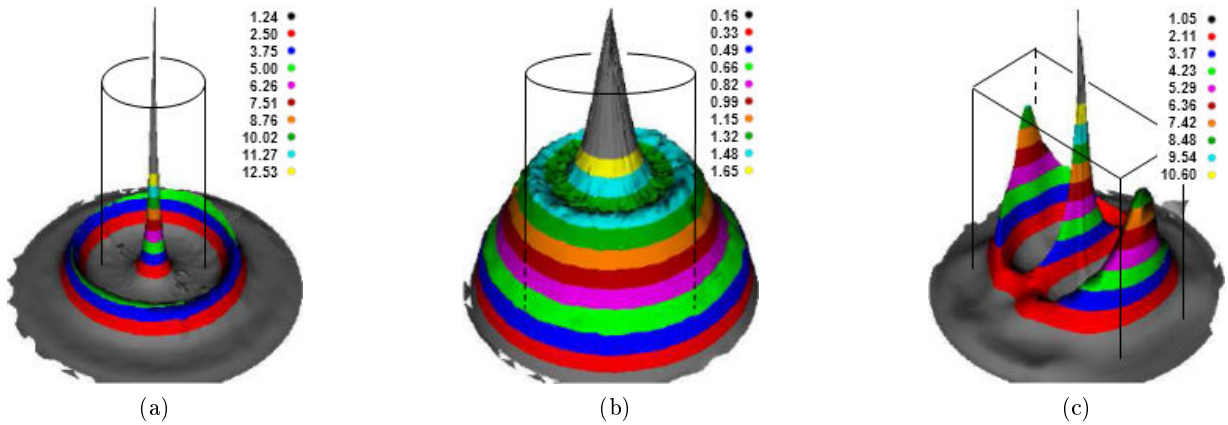


FIGURE 1.11 – Figures de densité de pôles  $\{110\}$  de trois nuances ODS élaborées au CEA [Béchade, 2009]. (a) Nuance J05 (barre ronde, 14% de chrome). (b) Nuance J04 (barre ronde, 9% de chrome). (c) Nuance F20 (larget, 18% de chrome). La définition de la densité de pôles est présentée dans l'annexe C (équation C.1).

## 1.4 Propriétés des nuances ODS

La fabrication des aciers renforcés par dispersion d'oxydes aboutit à une microstructure relativement complexe. Nous avons vu qu'elle est caractérisée par une fine dispersion d'oxydes nanométriques et par une taille de grains micronique. Les nuances ferritiques élaborées par extrusion à chaud présentent par ailleurs des textures cristallographique et morphologique prononcées. Cette section s'intéresse plus précisément aux propriétés mécaniques de ces nuances ODS.

### 1.4.1 Résistance au fluage

Les nuances ODS ferrito-martensitiques (F/M) ont été développées afin d'améliorer les propriétés en fluage à haute température des nuances F/M non ODS, en atteignant si possible les performances des nuances austénitiques. Nous allons voir que le renforcement recherché est bien au rendez-vous puisque ces deux objectifs sont atteints.

### Fluage en pression interne

La figure 1.12a permet de comparer les propriétés de fluage en pression interne de différents gainages. Les niveaux de contrainte orthoradiale<sup>a</sup> sont reportés en fonction des temps à rupture mesurés à 700°C. La nuance ferritique F4 a une durée de vie nettement supérieure aux nuances ferrito-martensitiques (HT9 et PNC-FMS) et austénitiques (nuance 316) non-renforcées. Le MA957, autre nuance ODS, montre une résistance au fluage moindre. Celle-ci reste cependant supérieure aux nuances HT9 et PNC-FMS pour les temps à rupture élevés. La figure 1.12b montre le même type de comparaison pour la nuance ODS martensitique M11 (notée 9Cr-ODS). Le rectangle coloré indique le domaine limite correspondant à la sollicitation en service telle que définie par les équipes japonaises : une contrainte maximale de 120 MPa sur une durée de 75000 h ( $\sim 9$  ans) à la température de 700°C (973 K). Il apparaît que pour une température de 700°C, la nuance 9Cr-ODS est à privilégier par rapport à la nuance PNC316, une nuance austénitique également développée pour le gainage des réacteurs à neutrons rapides. Pour un fonctionnement à 650°C, les deux nuances semblent convenir puisqu'elles conduisent à des durées de vie au-delà du critère japonais de 120 MPa / 75000 h. Le choix de la nuance s'effectue alors sur d'autres critères, et notamment celui du gonflement sous irradiation.

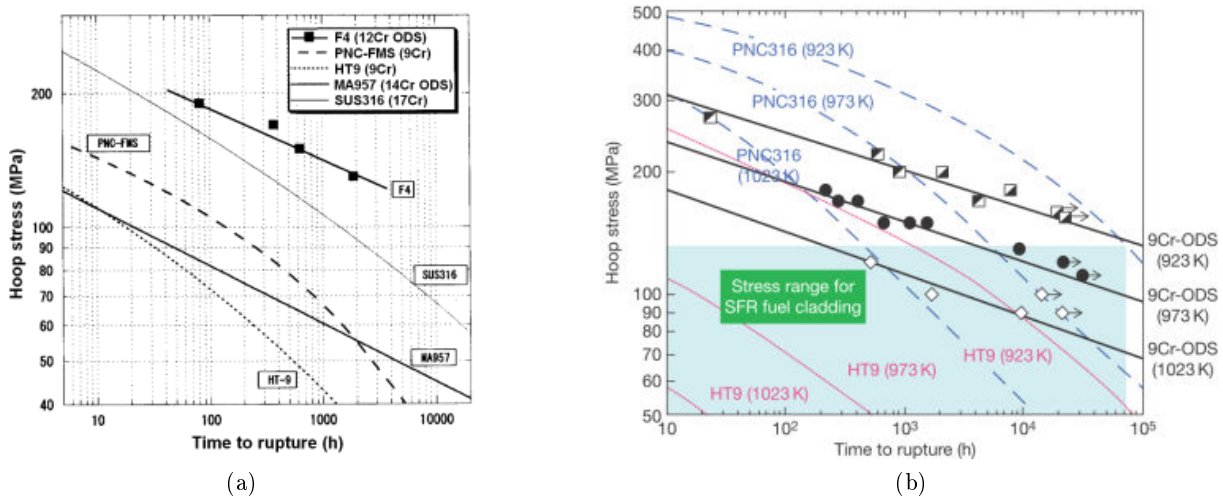


FIGURE 1.12 – Durées de vie en fluage en pression interne de gaines combustibles (a) ferritique 12Cr-ODS F4 (à 700°C) et (b) martensitique 9Cr-ODS M11 (à 650, 700 et 750°C). Comparaison à des nuances non renforcées. HT9 (Fe-12Cr-0,2C-1Mo-0,5W-0,25V), PNC-FMS (Fe-11Cr-0,11C-0,1Mo-2,1W-0,2V), SUS316 (Fe-17Cr-2Mo-11Ni), PNC316 (Fe-16,5Cr-13,8Ni-2,5Mo). D'après [Ukai *et al.*, 2002b] et [Allen *et al.*, 2009].

Les données de la figure 1.12 sont plutôt rares dans la littérature dans le sens où elles concernent des gaines, c'est-à-dire le produit fini. Cela nécessite une maîtrise du procédé de fabrication allant de la consolidation de la poudre jusqu'à la soudure des culots sur la gaine en

a. *hoop stress* en anglais.

passant par la mise en forme de celle-ci. C'est un procédé coûteux et difficile à maîtriser. Pour des nuances en phase de développement, la comparaison des propriétés mécaniques se fait bien en amont de l'étape de finalisation du produit. Les nuances expérimentales sont ainsi principalement élaborées sous forme de barres pleines (et non de tubes), et sont généralement sollicitées dans la direction d'extrusion (par commodité) et en traction (synonyme de gain de temps par rapport au fluage). La représentativité de ces caractérisations par rapport à l'application industrielle doit bien évidemment être envisagée avec précaution.

### Anisotropie de comportement

L'extrapolation du comportement d'une gaine en pression interne à partir de son comportement longitudinal est à faire avec précaution, notamment dans le cas des nuances ferritiques. La figure 1.13a illustre la différence de comportement d'une gaine entre une sollicitation bi-axiale (de pression interne) et une sollicitation uni-axiale (dans la direction de filage) [Ukai *et al.*, 1993a]. De manière générale, une anisotropie importante est notée en ce qui concerne les nuances ferritiques (dont la microstructure est anisotrope, voir sections 1.3.3 et 1.3.4). Leur durée de vie en fluage en pression interne est nettement inférieure à leur durée de vie en fluage longitudinal, ce qui interdit toute comparaison directe. Cette anisotropie de rupture en fluage est également observée pour des nuances martensitiques contenant entre 10% et 15% de grains de ferrite. Ces nuances sont dites *dual phase* [Shinozuka *et al.*, 2009b]. Aucune anisotropie n'est en revanche identifiée pour les nuances purement martensitiques, ce que montre la figure 1.13a.

Différentes stratégies peuvent alors être mises en place pour obtenir des gaines avec les meilleures propriétés possibles. La première est d'améliorer les propriétés des nuances martensitiques, à basse teneur en chrome, en jouant avec la transformation de phase  $\alpha \rightarrow \gamma$  au cours de la mise en forme du tube pour conserver une microstructure isotrope. La seconde est d'optimiser les nuances ferritiques en gardant bien à l'esprit que leur comportement est anisotrope. Enfin, on peut également tenter de réduire l'anisotropie des nuances ferritiques en travaillant sur leur recristallisation. Ceci est illustré par la figure 1.13b. Cette piste a été explorée par les équipes japonaises, qui ont obtenu de bons résultats sur des barres [Ukai *et al.*, 1997]. En revanche, la maîtrise de la recristallisation n'a pas abouti à des résultats satisfaisants en ce qui concerne la fabrication de tubes [Ukai *et al.*, 2000, Ukai *et al.*, 2002b]. La recristallisation des nuances ferritiques a également été étudiée au CEA en travaillant sur la nuance MA957, sous forme de barre [Réglé, 1994]. Les résultats obtenus en fluage à 650°C sur éprouvettes longitudinales sont prometteurs pour les faibles niveaux de contrainte, mais la modification de la microstructure s'accompagne d'une perte importante en termes de résilience [Alamo *et al.*, 2004].

### Rupture en fluage

En plus de leur durée de vie remarquable, les aciers renforcés par dispersion d'oxydes présentent un comportement en fluage particulier. Celui-ci se caractérise d'une part par une quasi-absence de fluage tertiaire et d'autre part par une déformation à rupture extrêmement réduite. La figure 1.14 présente des courbes de fluage obtenues sur deux nuances de la littérature. La première est une nuance 9Cr *dual phase* (nuance martensitique contenant une faible fraction volumique de grains ferritiques). La seconde est une nuance purement ferritique. Les niveaux de déformation

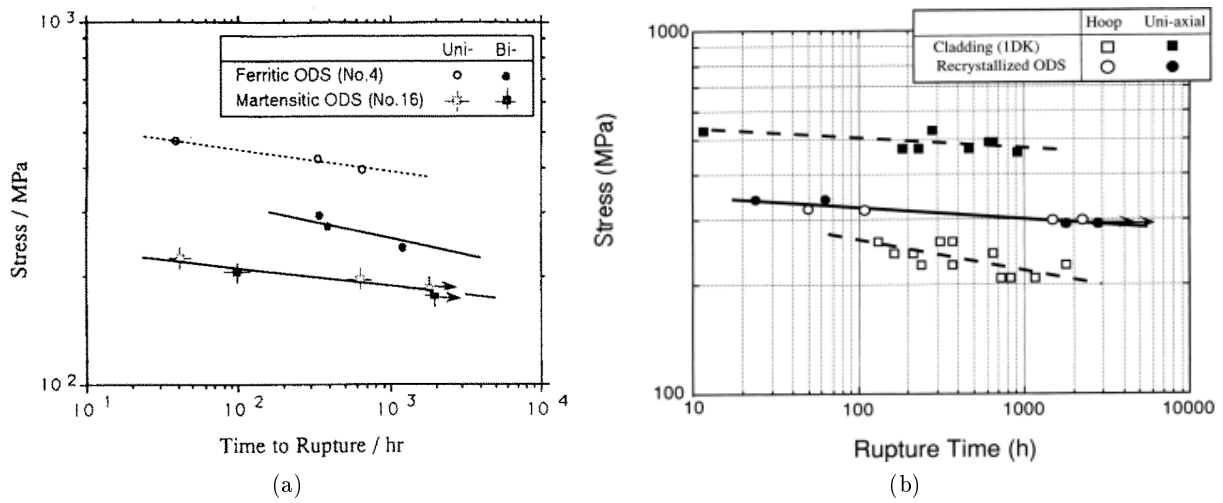


FIGURE 1.13 – Anisotropie des gaines ODS. (a) Comparaison du fluage uniaxial et biaxial (pression interne) d'une nuance ODS ferritique ( $\text{Fe-13Cr-2,65W-0,55Ti-0,5Y}_2\text{O}_3$ ) et d'une nuance ODS martensitique ( $\text{Fe-10Cr-1,44W-0,45Ti-1,0Y}_2\text{O}_3$ ) à  $650^\circ\text{C}$  [Ukai *et al.*, 1993a]. (b) Illustration de la réduction de l'anisotropie de nuances ferritiques par recristallisation. Gainage 1DK ( $\text{Fe-13Cr-3W-0,5Ti-0,35Y}_2\text{O}_3$ ) et nuance recristallisée ( $\text{Fe-11,5Cr-2,2W-0,23Ti-0,2Y}_2\text{O}_3$ ), éprouvettes « tubes » usinées dans une barre recristallisée, température non précisée (probablement  $700^\circ\text{C}$ ) [Ukai *et al.*, 1998b].



atteints sont typiquement de l'ordre de 1% à 2%.

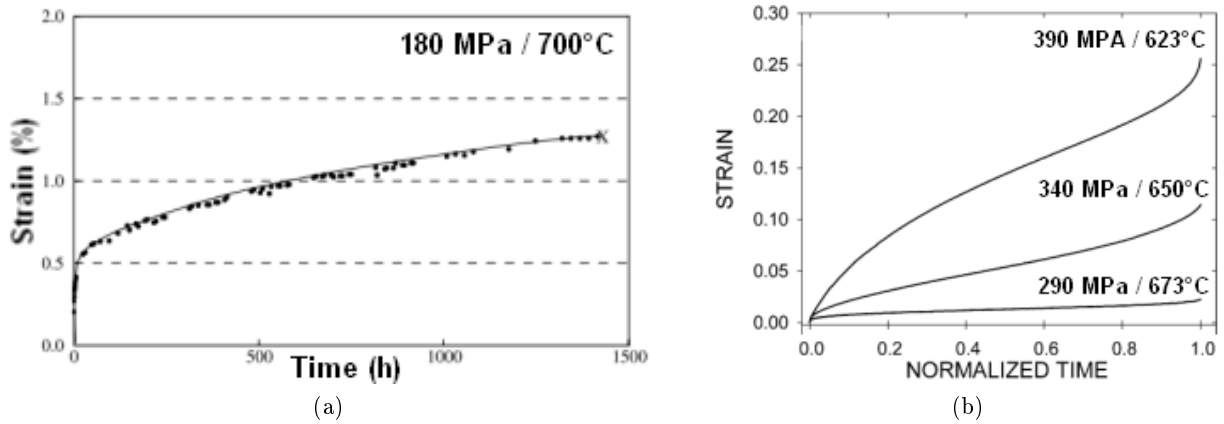


FIGURE 1.14 – Exemples de courbes de fluage caractéristiques des aciers nano-renforcés. (a) nuance 9Cr [Sakasegawa *et al.*, 2008] et nuance MA957 [Wilshire et Lieu, 2004].

Les résultats de fluage obtenus par Rösler *et al.* sur des alliages d'aluminium renforcés par dispersion d'oxydes d'aluminium, d'oxydes de cobalt et de carbures d'aluminium montrent également des niveaux de déformation en fluage très faibles [Rösler *et al.*, 1992]. L'allongement à rupture de ces nuances diminue à mesure que la vitesse de déformation en fluage diminue. Les auteurs montrent que cette diminution est corrélée à un changement de mécanismes d'endommagement, pour des essais de fluage réalisés vers 500°C. D'une rupture complètement ductile pour une vitesse de déformation élevée, celle-ci présente clairement un caractère intergranulaire à plus basse vitesse de déformation. Deux faciès illustrant cet endommagement sont présentés en figure 1.15. La littérature ne rapporte pas de telles observations en ce qui concerne le fluage des aciers ODS.

#### 1.4.2 Propriétés de traction

L'évaluation du comportement en traction des nuances d'aciers nano-renforcés met également en avant des propriétés mécaniques remarquables, ainsi qu'une anisotropie de comportement.

##### Propriétés longitudinales

Tout comme la résistance au fluage, la résistance mécanique en traction des nuances ODS apparaît nettement supérieure à celle des nuances conventionnelles. La figure 1.16 présente les propriétés longitudinales d'un acier martensitique Fe-9Cr-2WVTa, d'un acier ODS Fe-12Cr renforcé par  $Y_2O_3$  (le 12Y1) et d'un acier ODS Fe-12CrWTi également renforcé par  $Y_2O_3$ , mais dont la dispersion d'oxyde est plus fine grâce à la présence de titane (le 12YWT).

La figure 1.16a présente l'évolution de la limite d'élasticité de ces trois nuances en fonction de la température. Il apparaît que la limite d'élasticité de la nuance 12YWT est près de deux fois

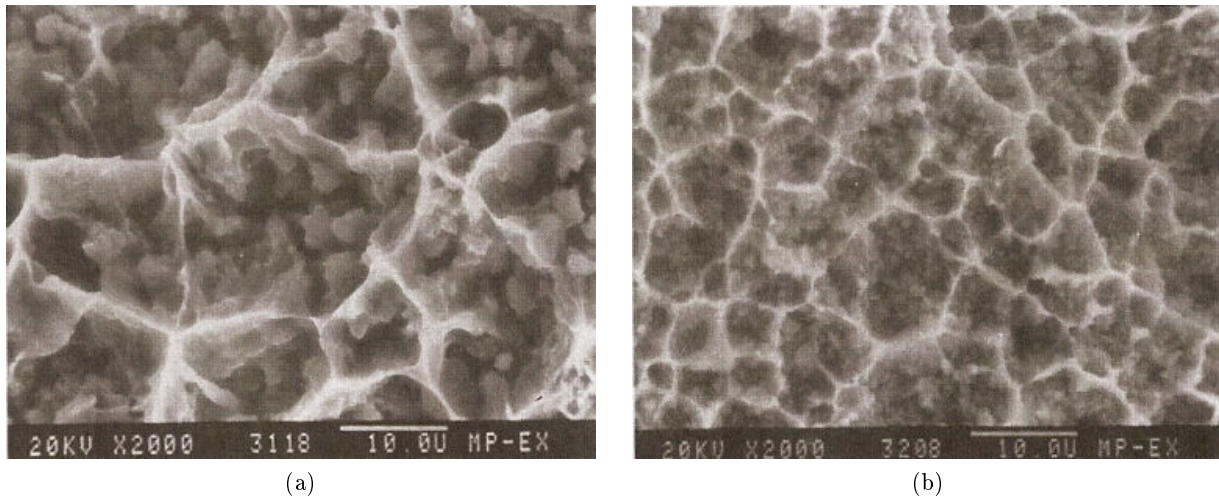


FIGURE 1.15 – Endommagement intergranulaire observé vers 500°C sur deux alliages Al-C-O renforcés par dispersion d’oxydes [Rösler *et al.*, 1992].

supérieure à celle de la nuance 9Cr. À température ambiante, la limite d’élasticité des aciers ODS dépasse ainsi généralement les 1000 MPa. À 650°C, celle du 12YWT reste supérieure à 400 MPa. La comparaison entre les nuances 12Y1 et 12YWT est à l’avantage du 12YWT, qui contient à la fois des éléments Y, Ti et W. La nuance 12Y1 est dépourvue de tungstène et ne bénéficie donc pas du renforcement par solution solide qui lui est associé. Elle ne contient pas non plus de titane ce qui ne permet pas d’obtenir un renforcement par nano-renforts Y-Ti-O. Elle contient bien des nano-renforts d’Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, mais leur taille est relativement élevée (10 à 40 nm pour une densité de l’ordre de 10<sup>20</sup>-10<sup>21</sup> m<sup>-3</sup>) en comparaison des particules renforçant la nuance 12YWT (3 à 5 nm pour une densité de l’ordre de 10<sup>23</sup> m<sup>-3</sup>). Du fait de cette différence de distribution de renforts, on peut imaginer que la nuance 12Y1 ne possède ni une densité de dislocations  $\rho$  aussi élevée, ni une taille de grains aussi fine que la nuance 12YWT ( $\rho \sim 10^{15}$ -10<sup>16</sup> m<sup>-2</sup>). Ces différents facteurs expliquent l’écart observé entre ces deux nuances. Par ailleurs, au-delà de 500°C, la nuance 12Y1 a une limite d’élasticité inférieure à la nuance martensitique Fe-9Cr-2WVTa qui est principalement renforcée par la présence de carbures du type M<sub>23</sub>C<sub>6</sub> et MX [Klueh et Maziasz, 1989].

La figure 1.16b regroupe les résistances maximales de ces trois nuances. Les résistances maximales des nuances 12Y1 et 12YWT s’avèrent à peine supérieures à leurs limites d’élasticité. La capacité d’écrouissage de ces nuances, et des aciers ODS en général, s’avère très limitée. Enfin, la figure 1.16c décrit l’évolution de la ductilité des nuances 12Y1 et 12YWT en fonction de la température. En contrepartie d’une plus grande résistance mécanique, la nuance 12YWT a une ductilité plus faible. Celle-ci présente un pic à haute température (700°C). Cette augmentation de la ductilité à haute température est également constatée sur d’autres nuances ODS.

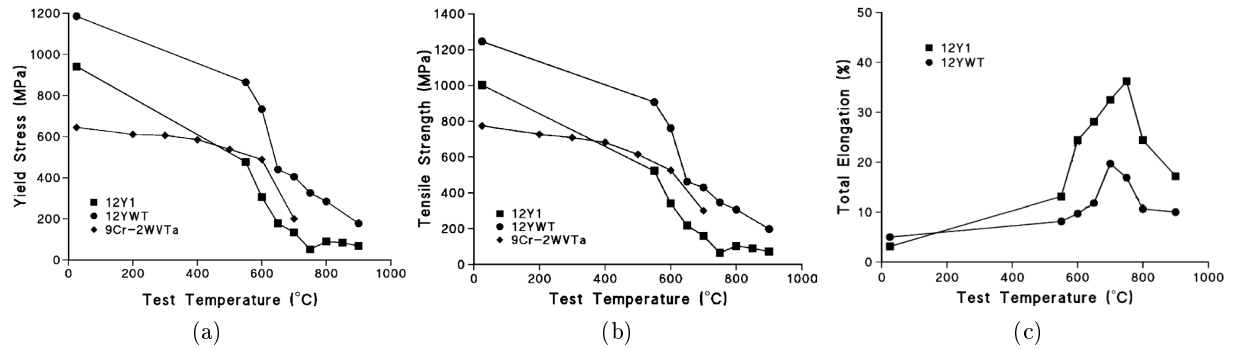


FIGURE 1.16 – Évolution des propriétés de traction des nuances 9Cr-2WVTa, 12YW1 ( $\text{Fe-12Cr-0,25Y}_2\text{O}_3$ ) et 12YWT ( $\text{Fe-12Cr-2,5W-0,4Ti-0,25Y}_2\text{O}_3$ ) en fonction de la température. (a) Limite d'élasticité. (b) Résistance maximale. (c) Allongement à rupture. D'après [Klueh *et al.*, 2005a].

### Anisotropie de comportement

Au même titre que les gaines, les nuances ODS martensitiques élaborées sous forme de barres ont un comportement en traction relativement isotrope [Lucon, 2002], alors que le comportement des barres ferritiques dépend de la direction de sollicitation. La figure 1.17 présente l'anisotropie de comportement observée sur la nuance ferritique 12YWT [Sokolov *et al.*, 2007]. Il apparaît que la direction de sollicitation influence à la fois la résistance mécanique du matériau et sa ductilité.

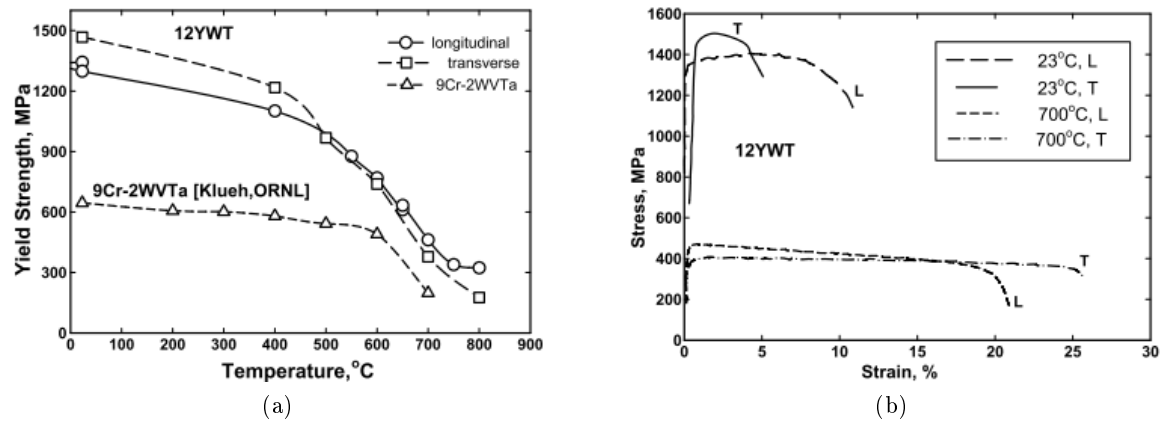


FIGURE 1.17 – Anisotropie de comportement en traction de la nuance ODS 12YWT. (a) Évolution de la limite d'élasticité en fonction de la température et (b) courbes de traction longitudinale et transverse à 20°C et 700°C. Essais réalisés à  $10^{-3} \text{ s}^{-1}$ . [Sokolov *et al.*, 2007]

Les résultats des caractérisations menées sur la nuance 12YWT (figure 1.17a) montrent d'une

part que la limite d'élasticité transverse est supérieure à la limite d'élasticité longitudinale en dessous de 500°C et que cela s'équilibre puis s'inverse à plus haute température. En termes de ductilité, les courbes de traction présentées sur la figure 1.17b indiquent que la ductilité transverse est respectivement inférieure et supérieure à la ductilité longitudinale à basse et haute température. Les autres études s'étant intéressées à l'anisotropie de comportement en traction ne confirment pas les tendances observées sur la nuance 12YWT. Kasada *et al.* constatent de leur côté un effet de la direction de sollicitation sur la ductilité d'une nuance ODS 19Cr à température ambiante, mais pas sur sa résistance mécanique [Kasada *et al.*, 2005]. De la même manière, Furukawa *et al.* n'observent pas de différence de résistance mécanique à 700°C [Furukawa *et al.*, 2009]. Enfin, Serrano *et al.* ont étudié une nuance ODS 14Cr élaborée au CEA et observent une tendance similaire à celle relevée par Sokolov *et al.* sur la résistance mécanique du matériau, mais différente en termes de ductilité, puisqu'ils mesurent une ductilité transverse inférieure à la ductilité longitudinale entre 20°C et 700°C [Serrano *et al.*, 2011].

### Rupture en traction

Les observations d'éprouvettes de traction après rupture qui sont disponibles dans la littérature permettent de mettre en évidence le rôle de la vitesse de sollicitation et de la température sur les modes de rupture des aciers ODS.

La figure 1.18 présente des observations d'une nuance ODS ferritique à gros grains, le MA956 recristallisé. Elles sont issues des travaux de Whittenberger [Whittenberger, 1978]. Les grains sont allongés de plusieurs millimètres dans la direction d'extrusion et font de l'ordre de 300 µm de large. Les macrographies 1.18a et 1.18b présentent les coupes longitudinales de deux éprouvettes sollicitées à 1090°C pour deux vitesses de sollicitation, à savoir  $5,8 \cdot 10^{-3} \text{ s}^{-1}$  et  $1,5 \cdot 10^{-5} \text{ s}^{-1}$  respectivement. L'éprouvette sollicitée à plus forte vitesse présente une rupture ductile, avec une striction prononcée. L'éprouvette sollicitée à plus faible vitesse est également recouverte de cupules, mais elle ne présente pas de striction. Cette rupture, dont l'allure est *en escalier*, est à la fois intergranulaire et transgranulaire. Des fissures naissent au sein de différents grains, perpendiculairement à la direction de sollicitation et se rejoignent en bifurquant le long des joints de grains. À faible vitesse de déformation, une propagation de fissure par nucléation, croissance et coalescence de cavités au sein des grains est ainsi identifiée [Whittenberger, 1979]. Cette différence de mode de rupture s'accompagne d'une différence d'allongement à rupture (4,8% contre 1,4%) et de striction (33% contre 1%), traduisant une localisation plus prononcée de la déformation pour la vitesse de sollicitation la plus élevée.

L'étude de Salomon [Salomon, 1993] permet d'illustrer l'effet de la température sur la rupture des aciers ODS. L'auteur, qui s'est également intéressé aux propriétés du MA956, y compare les modes de rupture d'une nuance à grains fins (grains submicroniques) et de la nuance recristallisée étudiée par Whittenberger. Le domaine de températures exploré s'étend de la température ambiante jusqu'à 1000°C. Mise à part une striction généralement plus prononcée de la nuance à gros grains, des mécanismes de rupture similaires sont identifiés. Le point important est l'évolution de ceux-ci avec la température. En-dessous de 700°C, une rupture ductile par croissance et coalescence de cavités est observée. La nucléation de ces cavités semble avoir lieu préférentiellement au niveau des particules situées sur les joints de grains. Au-delà de 700°C, un changement de mode de rupture est mis en évidence. Des zones de rupture intergranulaire sont identifiées sur

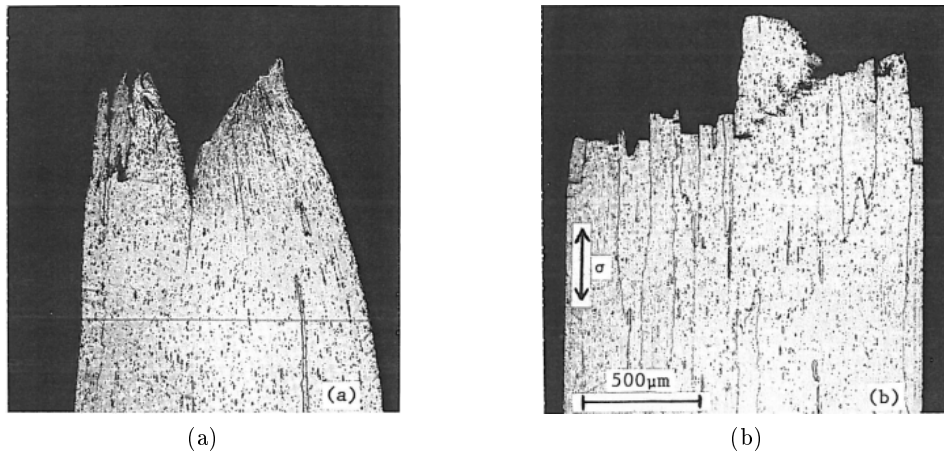


FIGURE 1.18 – Faciès de rupture de la nuance MA956 sollicitée à  $1090^{\circ}\text{C}$  à  $5,8 \cdot 10^{-3} \text{ s}^{-1}$  (a) et  $1,5 \cdot 10^{-5} \text{ s}^{-1}$  (b). [Whittenberger, 1978]

la nuance à grains fins. La qualité des micrographies correspondantes étant médiocre, elles ne sont pas reproduites ici. L'endommagement intergranulaire observé en traction par Salomon se rapproche vraisemblablement de celui observé en fluage par Rösler *et al.* [Rösler *et al.*, 1992] sur les ODS à base d'aluminium (cf. figure 1.15).

Salomon indique par ailleurs que la forme de la rupture intergranulaire observée au-delà de  $700^{\circ}\text{C}$  évoque la forme de grains de poudre, aussi bien sur la nuance à grains fins que sur la nuance à gros grains. Ce constat conduit l'auteur à souligner la faiblesse des anciens joints de poudre. Celle-ci pourrait provenir d'une oxydation des poudres durant l'élaboration du matériau. Le rôle des anciens joints de poudre – et des particules micrométriques s'y trouvant – a également été mis en évidence dans la rupture des nuances ODS développées plus récemment [Ukai *et al.*, 1993b, Sakasegawa *et al.*, 2006, Kim *et al.*, 2010]. En diminuant la quantité de ce type de joints, en tamisant la poudre co-broyée et en ne retenant pour l'étape de consolidation que les plus gros grains de poudre, il s'avère possible d'améliorer les propriétés de fluage de ces nuances [Sakasegawa *et al.*, 2007].

En plus des effets de températures et de vitesse présentés ici, qui rapportent de l'endommagement intergranulaire à haute température et faible vitesse de déformation, un certain nombre d'études font référence plus spécifiquement au phénomène de glissement aux joints de grains dans la rupture des alliages nano-renforcés [Nakashima, 1995, Sugino *et al.*, 2011]. Leurs résultats sont présentés dans l'annexe A, dédiée à la question du glissement aux joints de grains.

### 1.4.3 Transition ductile-fragile

Contrairement aux aciers austénitiques (à teneur élevée en chrome et en nickel), les aciers ferrito-martensitiques ont un comportement fragile à basse température. Ceci est illustré par la figure 1.19 qui décrit la quantité d'énergie qu'il est nécessaire de transmettre à un acier au

cours d'un choc afin de provoquer sa rupture. Cette énergie est faible à basse température pour les nuances ferritiques, ce qui est synonyme de rupture fragile. Une transition vers une rupture ductile, nécessitant plus d'énergie, apparaît lorsque la température augmente. La température à laquelle se situe cette transition est notée TTDF : Température de Transition Ductile-Fragile <sup>a</sup>.

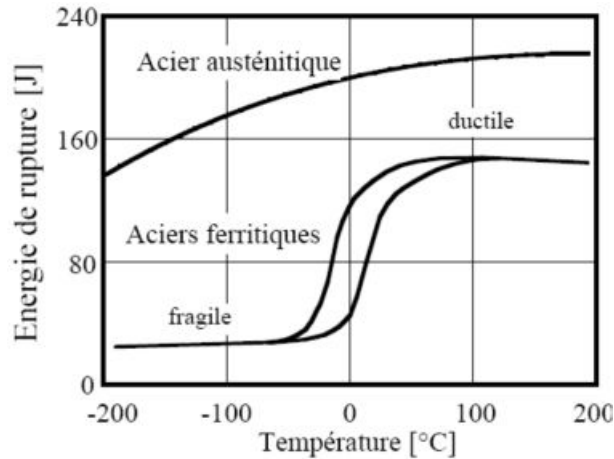


FIGURE 1.19 – Courbes de résilience schématisques d'aciers ferritique et austénitique.

Bien qu'elles soient renforcées par dispersion d'oxydes, les nuances ODS ferritiques et martensitiques sont également concernées par cette fragilité à basse température. Il est nécessaire de s'en préoccuper en ce qui concerne le gainage puisque les opérations de manutention ont lieu à température ambiante. Cela concerne la mise en place des gaines au sein du réacteur, leur éventuel déplacement au sein même de ce réacteur (pour des questions d'optimisation de l'utilisation du combustible) et également les opérations liées à l'entreposage et au retraitement des gaines avant et après leur passage en réacteur. L'intégrité des gaines au cours de toutes ces opérations est absolument essentielle pour éviter toute dissémination du combustible nucléaire. Leur résistance aux chocs doit donc être garantie que ce soit avant ou après avoir subi une irradiation importante.

### Influence du procédé d'élaboration

La composition chimique et le procédé d'élaboration influencent fortement les propriétés de résilience des nuances ODS. La figure 1.20a montre que le procédé d'extrusion à chaud conduit à de meilleures propriétés que le procédé de compaction isostatique à chaud. Elle fait par ailleurs apparaître qu'une modification de la composition chimique du matériau (en l'occurrence une légère augmentation de la teneur en  $Y_2O_3$ ) ou un changement de la géométrie de la filière (ronde ou rectangulaire) peuvent conduire à une dégradation des propriétés de résilience. La figure 1.20b illustre l'importance de l'atmosphère de broyage sur le caractère ductile ou fragile de la rupture des deux nuances Fe14Cr2WTi consolidées par CIC : l'utilisation d'argon conduit à la formation de bulles fortement préjudiciables [Klimiankou *et al.*, 2004].

a. en anglais, DBTT : Ductile to Brittle Transition Temperature.

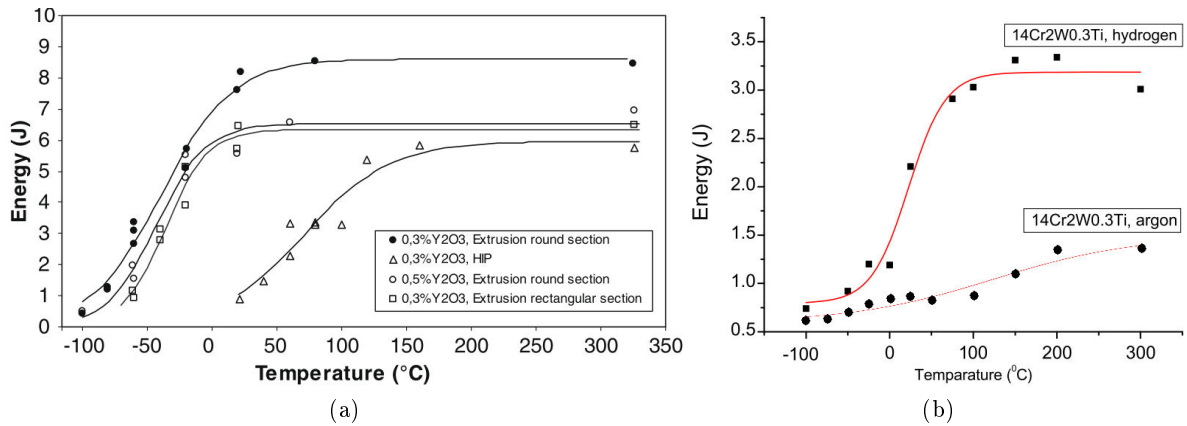


FIGURE 1.20 – Dépendance des propriétés de résilience (a) au procédé de consolidation, à la géométrie d'extrusion et à la composition [Olier *et al.*, 2009] et (b) à l'atmosphère de broyage, d'après [Oksiuta et Baluc, 2009].

### Anisotropie des propriétés de résilience

La figure 1.21 illustre pour sa part la forte anisotropie de rupture des nuances ferritiques élaborées sous forme de barre ou de plaque. L'énergie nécessaire pour atteindre la rupture du matériau est nettement moindre lorsque la fissure se propage dans la direction d'extrusion.

#### 1.4.4 Stabilité de la microstructure

En service, un matériau de gainage combustible se doit de conserver ses bonnes propriétés mécaniques sur le long terme. L'idéal est donc de disposer d'un matériau dont les propriétés n'évoluent pas, malgré le niveau de température, d'irradiation et de sollicitation mécanique auquel il est soumis. Cela nécessite une microstructure très stable.

### Stabilité des aciers ODS en température

Le premier atout des aciers ODS est la grande stabilité de leur microstructure en température. Cette stabilité est principalement due au comportement des nano-renforts. Le premier risque lié à une exposition à haute température est la croissance des nano-particules, par diffusion des atomes Y, Ti, O en solution solide, alimentée éventuellement par la dissolution des plus petites particules. Une croissance des nano-renforts se traduirait par une diminution importante des propriétés mécaniques, et notamment de la résistance au fluage. Cette croissance des nano-particules a bien lieu, mais elle est extrêmement limitée. Miller *et al.* ont ainsi montré qu'une densité importante de nano-particules de 2 à 4 nm de diamètre était toujours présente au sein des nuances MA957, 12YWT et 14YWT même après 24 h à 1300°C<sup>a</sup> [Miller *et al.*, 2005]. Cette grande stabilité en

a. Cette température représente environ  $0,85T_m$ , soit 85% de la température de fusion de l'alliage. Elle est bien supérieure aux 650°C imposés par le cahier des charges des gaines combustible pour RNR-Na.

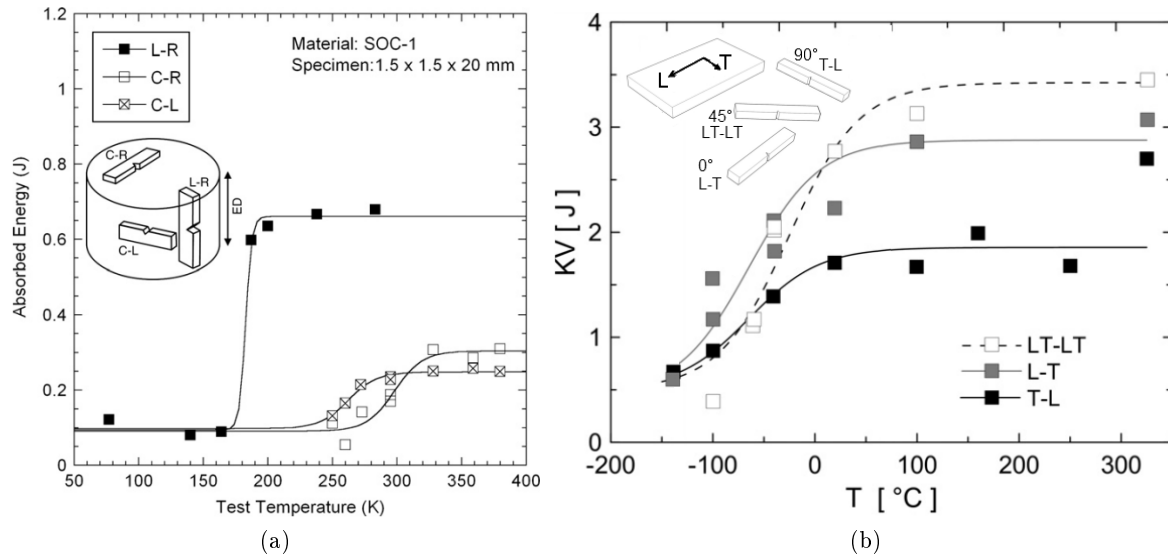


FIGURE 1.21 – Anisotropie des propriétés de résilience mise en évidence sur deux nuances élaborées par extrusion à chaud. (a) barre Fe-16,1Cr-3,4Al-0,09Ti-0,27Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> [Kasada *et al.*, 2011] et (b) plaque Fe-18Cr-1W-0,19Ti-0,3Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> [Hadraba *et al.*, 2011].

température des nano-particules semble trouver son origine dans la faible énergie d'interface qui les caractérise [Ribis *et de Carlan*, 2012].

La taille de grains est également très stable en température. Ceci est notamment constaté au cours de la mise en forme des tubes martensitiques puisque des revenus à très haute température (au-delà de 1050°C) doivent être conduits afin d'observer une croissance des grains austénitiques [Ukai *et al.*, 1998a, Tualbi *et al.*, 2011]. La recristallisation des nuances ferritiques s'effectue à température plus élevée encore, au-delà de 1300°C [Réglié *et Alamo*, 1993]. Une fois déclenchée, celle-ci s'avère extrêmement brutale, et donc très difficile à maîtriser [Chou *et Bhadeshia*, 1993]. Cette grande stabilité des joints de grains s'explique par la présence des nano-renforts ainsi que par l'influence de la texture cristallographique très prononcée dans le cas des nuances ferritiques [Chou *et Bhadeshia*, 1994, Réglié, 1994].

### Stabilité sous irradiation

Les deux principaux effets que l'irradiation d'un matériau entraîne sont la création de défauts au sein de la structure cristalline du matériau et un gonflement de ce dernier. Les collisions entre les neutrons et la matière induisent un déplacement (en cascade) des atomes pouvant amener à la création de paires lacune-interstitiel appelées paires de Frenkel. Le *dpa*, ou *déplacement par atome* est l'unité utilisée pour évaluer la quantité de dommage subie. Elle exprime le nombre de déplacements que chaque atome du matériau a en moyenne subi du fait des collisions neutroniques. Une fois créés, ces défauts peuvent se recombiner, s'annihiler sur d'autres défauts de la microstructure



(joints de grains, précipités) ou encore mener à la formation de boucles de dislocation. La création de ces défauts conduit à un durcissement et à une fragilisation du matériau. Plus la température à laquelle se produit l'irradiation est élevée, meilleure est la recombinaison des défauts et moindres sont les dommages subis par le matériau (à dose d'irradiation équivalente). Le gonflement est quant à lui lié à la production de lacunes et d'atomes légers (notamment d'hélium) s'associant pour former cavités et bulles et provoquant ainsi un gonflement du matériau. Il est favorisé à haute température. Par ailleurs, du fait des nombreux déplacements d'atomes en cours d'irradiation, la diffusion des éléments est facilitée sous irradiation, ce qui peut entraîner des phénomènes de ségrégation/précipitation.

### Résistance au gonflement sous irradiation

La figure 1.22 compare les microstructures après irradiation d'une nuance renforcée par dispersion d'oxydes et d'une nuance sans renfort. La nuance sans renfort présente des cavités (bulles) de taille importante alors que la nuance renforcée présente une distribution homogène de très fines bulles. Comme attendu du fait de leur structure cubique centrée, la résistance des ODS F/M vis-à-vis du phénomène de gonflement sous irradiation s'avère excellente. La distribution des nano-renforts joue également un rôle dans cette résistance élevée puisqu'au sein de la nuance ODS (figure 1.22b), les bulles d'hélium se forment en réalité autour des nano-renforts, qui piègent les atomes d'hélium à leur interface. Leur taille est ainsi fortement réduite, ce qui rend leur croissance plus difficile [Kim *et al.*, 2000]. Cette grande résistance au gonflement sous irradiation est également constatée par d'autres auteurs [Kinoshita *et al.*, 1991, Toloczko *et al.*, 2004]. Hasegawa *et al.* ont constaté que l'implantation de 1000 appm<sup>a</sup> d'hélium conduit à une fragilisation d'une nuance 9Cr non renforcée (augmentation de la TTDF) mais que les propriétés de résilience des nuances ODS 9Cr et 14Cr restent inchangées [Hasegawa *et al.*, 2009].

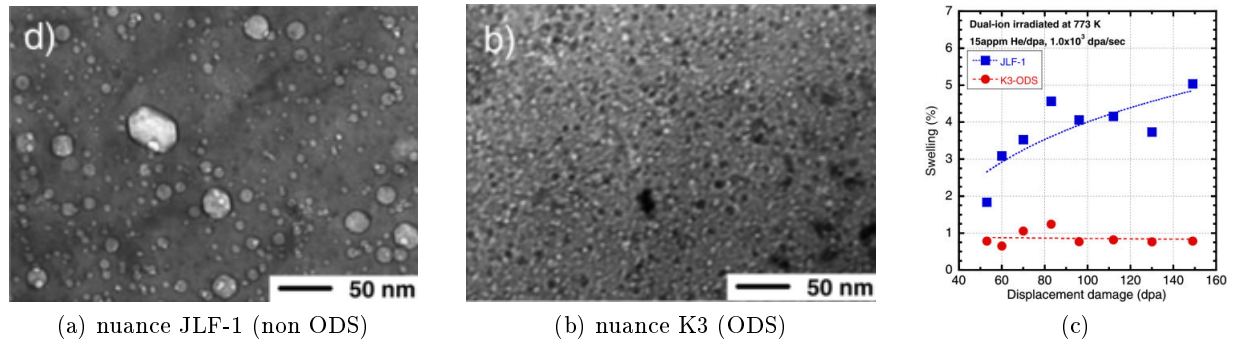


FIGURE 1.22 – Comportement sous irradiation d'une nuance non ODS et d'une nuance ODS. (a), (b) microstructures après irradiation à 500°C et 60 dpa. (c) Gonflement constaté en fonction de la dose d'irradiation [Yutani *et al.*, 2007].

a. appm : atomic parts per million.

### Résistance au durcissement sous irradiation

La résistance au gonflement des aciers ODS s'accompagne également d'une résistance importante au phénomène de durcissement sous irradiation. Cette résistance est illustrée par la figure 1.23 qui compare la nuance ODS commerciale MA957 à des nuances 9Cr martensitiques (non ODS) [Alamo *et al.*, 2007]. Il apparaît que pour une température d'irradiation de l'ordre de 300 à 325°C, le durcissement du MA957 est notable, mais reste inférieur à celui des nuances non renforcées. Sa ductilité après irradiation apparaît par ailleurs équivalente à celle des nuances spécialement développées pour un environnement nucléaire<sup>a</sup>. À plus haute température d'irradiation, on peut s'attendre à un durcissement d'irradiation moindre du fait de la meilleure recombinaison des défauts. Kimura *et al.* ont irradié jusqu'à 10 dpa des nuances ODS ayant des teneurs en chrome de 16% et 19%. Ils constatent en effet une diminution du durcissement lorsque la température d'irradiation  $T_{irr}$  augmente [Kimura *et al.*, 2007]. L'augmentation de dureté du matériau passe ainsi de 25-30% pour  $T_{irr} = 300^\circ\text{C}$  à 0-10% pour  $T_{irr} = 500^\circ\text{C}$ . Elle est associée à la création de boucles de dislocation. Du fait de la démixion  $\alpha - \alpha'$  et de son effet durcissant, on pourrait s'attendre à un tout autre effet de la température. Cette démixion n'a pas été observée par Kimura *et al.* du fait de la durée limitée de l'irradiation effectuée (irradiation aux ions de 26 h seulement). L'irradiation aux neutrons à 325°C du MA957 rapportée par Alamo *et al.* (d'une durée de l'ordre d'une année) a en revanche conduit à l'apparition d'une phase  $\alpha'$  sous la forme de précipités nanométriques expliquant en partie le durcissement de cette nuance [Alamo *et al.*, 2004, Mathon *et al.*, 2004].

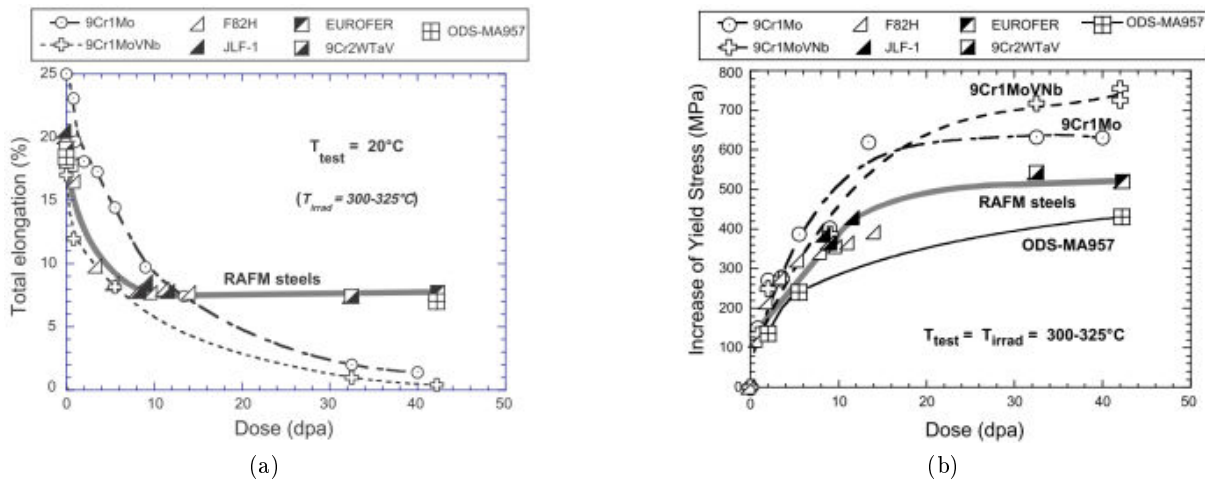


FIGURE 1.23 – Comparaison de nuances 9Cr non ODS et du MA957 après irradiation aux neutrons. (a) Ductilité mesurée à température ambiante. (b) Durcissement mesuré à la température d'irradiation (300-325°C) [Alamo *et al.*, 2007].

a. nuances RAFM, pour *Reduced Activation Ferrito-Martensitic steels*.

### Stabilité des nano-renforts sous irradiation

Le dernier point concernant la stabilité de la microstructure des aciers ODS sous irradiation est la question de la stabilité même des nano-renforts. Comment se comportent-ils sous un flux intense de neutrons ? Bien qu'un certain nombre d'études aient conclu à la stabilité des nano-renforts sous irradiation aux neutrons (voir par exemple [Allen *et al.*, 2008]), celle-ci n'est pas assurée aux fortes doses d'irradiation. Monnet *et al.* ont en effet mis en évidence la dissolution des nano-renforts au sein de la nuance DT2203Y05 après irradiation aux neutrons à plus de 70 dpa à  $T_{irr} > 400^{\circ}\text{C}$  : dissolution partielle des plus gros nano-renforts ( $> 20$  nm) et disparition des plus petits [Monnet *et al.*, 2004]. Après avoir constaté la même dissolution par irradiation aux électrons (entraînant également la création de paires de Frenkel) les auteurs ont montré que celle-ci dépendait de la température, de la dose d'irradiation mais aussi de la composition chimique des renforts [Monnet *et al.*, 2012]. Allen *et al.* ont quant à eux observé le comportement sous irradiation<sup>a</sup> d'une nuance plus récente, la nuance M11. Ils ont constaté une diminution de la taille des nano-particules s'accompagnant d'une augmentation de leur densité. Ceci revient à une amélioration de la dispersion initiale par les nano-renforts de type Y-Ti-O. Enfin, une étude récente de suivi par MET *in situ* de l'irradiation d'une nuance Fe18Cr1W0,3Ti + 0,6Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> a montré la stabilité des nano-particules de 2 à 5 nm, en soulignant que cette stabilité n'était pas acquise pour les plus grosses particules [Lescoat *et al.*, 2012].

## 1.5 Mécanismes de déformation

Les aciers renforcés par dispersion d'oxydes possèdent d'une part une microstructure extrêmement stable et d'autre part une résistance mécanique très élevée, en traction comme en fluage. Ces propriétés émanent directement de la microstructure de ces matériaux. Le rôle de la dispersion des nano-renforts sur la stabilité de la microstructure a été souligné. Cette section a pour objet de présenter les différents mécanismes pouvant expliquer la résistance élevée de ces matériaux. Dans un premier temps, les mécanismes de renforcement usuels sont présentés. Le cas des mécanismes de déformation à haute température est ensuite abordé de manière générale pour mettre au final en avant le fluage à seuil des aciers ODS. Différents mécanismes conduisant à l'existence d'une contrainte seuil sont par la suite présentés.

### 1.5.1 Obstacles au mouvement des dislocations

La déformation plastique des matériaux métalliques est principalement liée à la présence et au mouvement des dislocations. Pour qu'une dislocation se déplace, il faut tout d'abord que la contrainte qui lui est appliquée soit suffisamment élevée pour surmonter la résistance qu'oppose le réseau cristallin à son mouvement. Ces forces de réseau, dites *forces de Peierls*, se traduisent par une cisssion critique  $\tau_0$  en dessous de laquelle le mouvement d'une dislocation n'est pas possible. Pour une contrainte de cisaillement  $\tau$  supérieure à  $\tau_0$ , une dislocation se déplace au sein du réseau cristallin.

a. aux ions nickel 5 MeV jusqu'à 150 dpa pour  $T_{irr} = 500 - 700^{\circ}\text{C}$ .

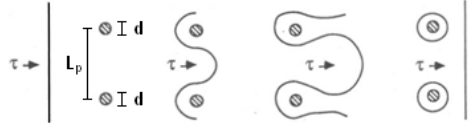
Si un obstacle se trouve sur le plan de glissement d'une dislocation, soit (i) la contrainte appliquée est suffisante pour franchir l'obstacle, soit (ii) la contrainte est insuffisante et la dislocation reste bloquée ou bien encore (iii) la dislocation est bloquée mais l'agitation thermique est suffisante pour lui permettre *in fine* de franchir l'obstacle. Dans tous les cas, l'obstacle bloque ou ralentit la dislocation. Il joue donc un rôle sur la résistance mécanique du matériau et/ou sur sa vitesse de déformation. De ce fait, les nano-renforts, les précipités, les joints de grains, les atomes en solution solide et les dislocations elles-même comptent parmi les barrières microstructurales au mouvement des dislocations. Les principaux mécanismes liés à ces différents obstacles sont présentés ci-dessous.

### Interaction dislocations / particules

Qu'elle soit nanométrique ou non, une particule située dans le plan de glissement d'une dislocation est un obstacle au mouvement de cette dislocation. L'influence qu'aura cette particule sur le mouvement de la dislocation va dépendre de la nature de cette particule (degré de cohérence avec la matrice, taille...). À basse température, il y a deux types d'interactions possibles entre une particule et une dislocation : le franchissement par contournement et le franchissement par cisaillement.

#### Contournement d'une particule

Le mécanisme de contournement évoqué en premier lieu pour expliquer la résistance mécanique élevée des matériaux nano-renforcés est le mécanisme de franchissement par contournement d'Orowan [Orowan, 1948]. Celui-ci décrit comment une dislocation franchit une particule en laissant une trace de son passage par la formation d'une boucle d'Orowan autour de la particule. Ce mécanisme est illustré par la figure 1.24 pour une dislocation rencontrant deux particules de diamètre  $d$ . La distance entre particules est notée  $L$ .  $\tau$  est la contrainte de cisaillement exercée sur le plan de glissement de la dislocation. Elle est à l'origine de la force de Peach et Köhler qui s'exerce sur la dislocation et qui s'exprime dans ce cas  $\vec{f} = \tau \vec{b}$  où  $\vec{b}$  est le vecteur de Burgers de la dislocation, qui indique la direction du glissement. Pour que ce franchissement soit possible, il faut que la cission  $\tau$  soit supérieure à une valeur critique, notée  $\tau_{Or}$ . Celle-ci est définie par l'équation 1.1 dans laquelle  $\mu$  est le module de cisaillement du matériau. La cission critique  $\tau_{Or}$  est associée à une contrainte de traction critique  $\sigma_{Or}$  via le facteur de Taylor  $M$  :  $\sigma_{Or} = M\tau_{Or}$ . D'après ce modèle, la contrainte nécessaire pour déformer plastiquement un matériau contenant une distribution homogène de particules est donc inversement proportionnelle à la distance  $L_p$  entre ces particules. Plus la distribution des particules sera fine, plus la distance  $L_p$  sera réduite et plus le renforcement mécanique sera important.



Le durcissement lié au mécanisme d'Orowan s'exprime de la manière suivante :

$$\tau_{Or} = \frac{\mu b}{L_p} \quad (1.1)$$

FIGURE 1.24 – Le mécanisme de contournement d'Orowan.

Le modèle de contournement d'Orowan est à l'origine de l'idée même de renforcement par dispersion de particules, quelle que soit leur nature. Nous le verrons, il donne des estimations pertinentes du durcissement des matériaux nano-renforcés, notamment à basse température. Cependant, il est peu probable que ce type d'interaction soit le seul en jeu au sein des aciers ODS. L'importance d'autres mécanismes de renforcement ne doit donc pas être sous-estimée *a priori*.

### Cisaillement d'une particule

Outre le contournement des nano-particules, le second type d'interaction possible entre une particule et une dislocation est le cisaillement de la particule par la dislocation : la dislocation traverse la particule au lieu de la contourner. Ce mécanisme complexe<sup>a</sup> est généralement associé à des particules cohérentes et de petite taille, *a contrario* du mécanisme d'Orowan généralement associé à des particules incohérentes et de taille plus importante [François *et al.*, 1991]. La figure 1.25 illustre la compétition entre ces deux mécanismes et l'existence d'une taille de particule critique qui en découle. Pour une taille de particule très faible, la cission  $\tau_{\text{cisaillement}}$  nécessaire pour cisiller les précipités est inférieure à la cission  $\tau_{Or}$  nécessaire à leur contournement : il est alors moins coûteux énergétiquement de cisiller la particule. Puisque  $\tau_{\text{cisaillement}}$  augmente avec le diamètre  $d$  des particules ( $\tau_{\text{cisaillement}}$  est proportionnelle à  $\sqrt{d}$ ), il existe une taille de particule critique au-delà de laquelle le contournement devient plus facile. Ce mécanisme n'est que très rarement évoqué dans la littérature en ce qui concerne les aciers ODS.

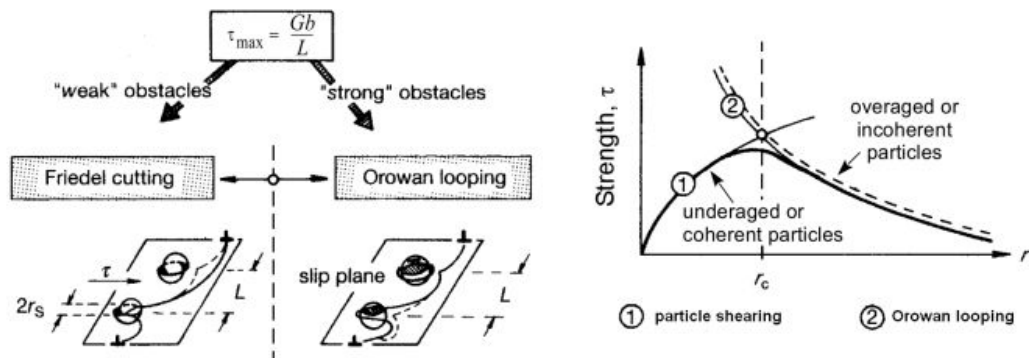


FIGURE 1.25 – Illustration des mécanismes de contournement et de cisaillement de précipités. Le graphique indique le niveau de cission nécessaire pour franchir un obstacle selon chacun de ces deux mécanismes (en fonction du rayon moyen  $r$  des particules). Le mécanisme prépondérant est indiqué par le trait noir épais. Il correspond à la plus petite cission critique. Graphique tracé à fraction volumique de particules constante. D'après [Reppich, 1992].

a. Il peut en effet conduire à la création de paroi d'anti-phase, à l'augmentation de la surface d'interface particule/matrice par création d'une marche, à une modification de l'énergie de cœur de la dislocation...

### Interaction dislocations / dislocations

Les dislocations se déplacent au sein d'une *forêt* d'autres dislocations, ce qui gêne leur progression. Plus la densité de dislocations  $\rho$  est élevée, plus l'effet est important. On parle d'écrouissage de Taylor [Taylor, 1934], proportionnel à la densité de dislocations et associé à la contrainte  $\tau_{Taylor}$  (équation 1.2).

$$\tau_{Taylor} = \alpha \mu b \sqrt{\rho} \quad (1.2)$$

La valeur du coefficient  $\alpha$  est de l'ordre de 0,4 pour les métaux à structure cubique centrée [Courtney, 1990] à température ambiante. Il est susceptible de diminuer avec une augmentation de la température, comme indiqué par Kocks et Mecking pour les métaux cubiques à face centrée [Kocks et Mecking, 2003].

### Interaction dislocations / joints de grains

Les joints de grains constituent des barrières contre lesquelles les dislocations viennent se bloquer. Pour que la déformation plastique puisse se propager au grain voisin, il faut que la dislocation traverse le joint de grains ou bien que la contrainte exercée sur le joint de grains soit suffisante pour activer une source de dislocations dans le grain voisin. Dans les deux cas, la contrainte exercée par la dislocation bloquée sur le joint de grain doit augmenter. Au cours de la déformation, cela peut se produire par un empilement successif de plusieurs dislocations, l'arrivée de chaque nouvelle dislocation entraînant une contrainte supplémentaire au niveau du joint de grain. Ce mécanisme a été proposé par Hall et Petch. Le durcissement qui lui est associé est relié à la taille des grains  $d_g$  par l'équation 1.3.

$$\sigma_{HP} = k_{HP} / \sqrt{d_g} \quad (1.3)$$

La valeur du coefficient  $k_{HP}$  est de l'ordre de 0,6 MPa $\sqrt{m}$  pour le fer à température ambiante d'après [Takaki *et al.*, 2001]. Son évolution avec la température est peut être considérée comme étant proportionnelle à celle du module de cisaillement [Friedel, 1964]. Cependant, à haute température, le renforcement de Hall-Petch peut diminuer par l'entrée en jeu d'un nouveau phénomène, l'annihilation des dislocations aux joints de grains [Blum et Zeng, 2009, Carlton et Ferreira, 2007].

### Interactions dislocations / atomes en solution solide

Les atomes en solution solide interagissent avec les dislocations principalement par effet de taille. Les atomes plus gros que les atomes de fer créent autour d'eux un champ de contrainte de compression et ont alors tendance à venir se placer dans la zone en traction créée par la présence d'une dislocation *coin*. À l'inverse, les atomes plus petits viennent relaxer partiellement le champ de contrainte de compression d'une dislocation. En diminuant ainsi localement l'énergie du réseau cristallin, les atomes en solution solide freinent le mouvement des dislocations. La contrainte associée à ce mécanisme peut s'exprimer en fonction de la concentration  $c$  d'une espèce chimique en solution par

$$\tau_{ss} = \mu \varepsilon_s^{3/2} \sqrt{c} \quad (1.4)$$

où  $\varepsilon_s$  dépend notamment de la taille de l'atome considéré [Fleischer, 1963].

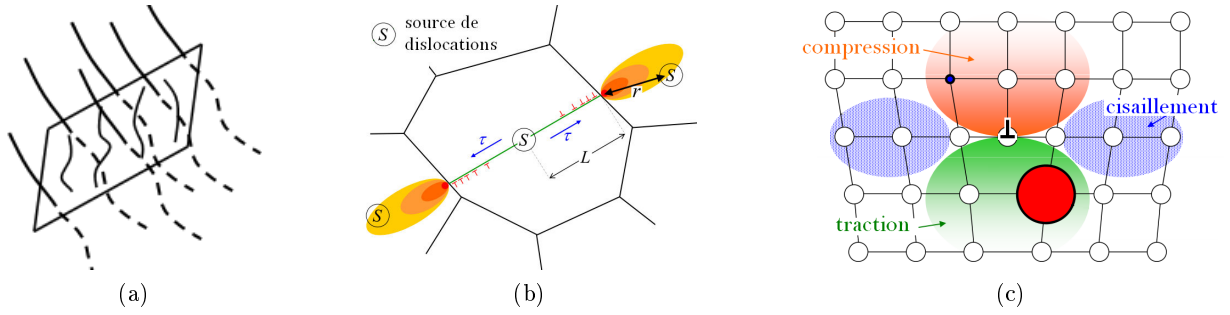


FIGURE 1.26 – Illustration des mécanismes de renforcement par (a) la forêt de dislocations, (b) par les joints de grains et (c) par solution solide de substitution.

### Bilan sur les mécanismes de renforcement

En se basant sur les différents mécanismes évoqués ci-dessus, la limite d'élasticité d'un matériau ODS peut alors s'écrire schématiquement comme la somme des différentes contributions :

$$\sigma_y = \sigma_0 + \sigma_{ss} + \sigma_f + \sigma_{HP} + \sigma_{Or} + \sigma_{cisaillement} \quad (1.5)$$

Selon la nature des mécanismes de renforcement, il s'avère dans certains cas plus adéquat d'adopter une sommation quadratique de ces différents termes [Queyreau *et al.*, 2010].

### 1.5.2 Mécanismes de déformation en température

Les quatre principaux mécanismes de renforcement décrits précédemment (franchissement des renforts nanométriques, renforcement de Taylor, de Hall-Petch, effet de la solution solide) sont présents quelle que soit la température à laquelle la sollicitation mécanique est effectuée. Les contraintes critiques qui leur sont associées dépendent de la température par l'intermédiaire du module de cisaillement  $\mu = \mu(T)$ . Elles diminuent donc lorsque la température augmente. À l'inverse, une augmentation de la température peut conduire à l'apparition de nouveaux mécanismes, qui peuvent s'avérer prépondérants au cours d'une sollicitation de fluage. D'une manière générale, les mécanismes de déformation des matériaux métalliques évoluent en fonction de la température et du niveau de contrainte ou de vitesse de déformation imposée. Les cartographies des mécanismes de déformation proposées par Ashby [Ashby, 1972, Frost et Ashby, 1982] permettent d'évaluer rapidement le mécanisme prépondérant suivant les conditions de sollicitations. Dans cette partie, deux cartographies simplifiées illustrant le comportement usuel des aciers sont présentées. La comparaison de ces cartographies avec certaines propriétés des aciers ODS montre que le comportement mécanique de ces derniers est atypique.

### Cartographie des mécanismes de déformation

La figure 1.27a est une carte contrainte/déformation<sup>a</sup>. Les principaux mécanismes y sont reportés en fonction de la température  $T$  normalisée par la température de fusion du matériau  $T_m$  et de la contrainte appliquée  $\sigma$  normalisée par le module de cisaillement  $\mu$ . Pour des niveaux de contrainte élevés, la déformation du matériau est simplement gouvernée par le glissement des dislocations, éventuellement ralenti par la présence d'obstacles comme décrit précédemment. C'est le domaine de plasticité. Pour un niveau de contrainte intermédiaire, et à une température relativement élevée, la déformation est gouvernée par le glissement des dislocations combiné au phénomène de montée des dislocations coins. C'est le fluage *dislocations*. Pour une température et/ou un niveau de contrainte plus faible, la déformation n'est plus gouvernée par le mouvement des dislocations, mais par la diffusion de la matière, atome par atome<sup>b</sup>. Cela peut se faire soit le long des joints de grains (fluage de Coble), soit par l'intérieur des grains (fluage de Nabarro-Herring).

La seconde cartographie, figure 1.27b, comporte en abscisse la contrainte normalisée et en ordonnée la vitesse de déformation. Les trois domaines principaux (plasticité, fluage dislocations et fluage diffusion) sont retrouvés. Les traits noirs illustrent le comportement d'un acier sollicité à une température donnée, supérieure à  $0,3 T_m$ . Pour un niveau de contrainte faible, sa déformation est gouvernée par du fluage-diffusion. Ce fluage diffusionnel est de type Coble aux plus basses températures, de type Nabarro-Herring aux plus hautes températures. Pour une contrainte plus importante, le domaine du fluage *dislocations* est atteint. Ce changement de mode de déformation s'accompagne d'un changement de pente dans le diagramme de la figure 1.27b. En effet, la vitesse de déformation par fluage *diffusion* évolue de manière linéaire avec la contrainte  $\sigma$ . C'est le cas pour le fluage de Coble ( $\dot{\epsilon}_C$ , voir équation 1.6) comme pour le fluage de Nabarro-Herring ( $\dot{\epsilon}_{NH}$ , voir équation 1.7). Dans le cas du fluage *dislocations*,  $\dot{\epsilon}_d$  est proportionnelle à  $\sigma^n$ , avec  $n$  classiquement compris entre 4 et 5 pour les aciers, et plus généralement entre 3 et 10.

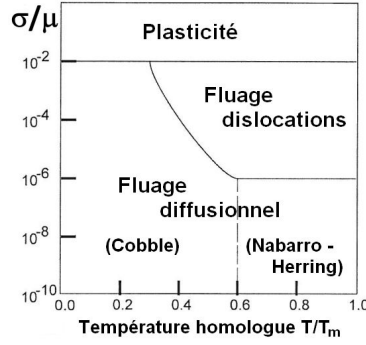
### Le fluage à seuil des matériaux nano-renforcés

La réalisation de différents essais de fluage permet de déterminer la pente dans un diagramme  $\log(\dot{\epsilon})$  vs  $\log(\sigma)$  identique à celui de la figure 1.27b. L'une des particularités des matériaux renforcés par dispersion d'oxydes est la valeur que l'on identifie pour cette pente (ou exposant  $n$ ). Celle-ci s'avère très élevée. Elle est comprise entre 10 et 200. Elle varie d'un matériau à l'autre mais évolue également en fonction de la température. Cette particularité a été mise en évidence pour la première fois par Lund et Nix sur un alliage nickel-chrome renforcé par dispersion de thorium, le TD-Nichrome [Lund et Nix, 1976]. Leurs résultats sont présentés dans la figure 1.28. L'exposant  $n$  augmente avec la température, pour atteindre 75 à 1300°C (figure 1.28a). Un comportement à *seuil* est par ailleurs observé. Il est visible plus aisément sur la figure 1.28b : plus la contrainte imposée diminue, plus la vitesse de déformation diminue fortement. Le fluage semble être nul en dessous d'une contrainte seuil  $\sigma/E = 7 \cdot 10^{-4}$ . Ce niveau de contrainte correspond à la contrainte d'Orowan calculée à partir de la distribution de  $\text{ThO}_2$  dans le TD-Nichrome. Cette correspondance est très satisfaisante d'un point de vue théorique. Elle permet de conclure que le mécanisme de

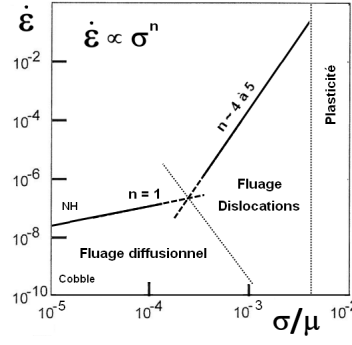
a. sur laquelle ne sont pas indiquées les vitesses de déformation

b. ou lacune par lacune.





(a)



(b)

$$\dot{\epsilon}_C = A_C \frac{\delta_b D_b}{d_g^3} \frac{\sigma \Omega_a}{k_B T} \quad (1.6)$$

$$\dot{\epsilon}_{NH} = A_{NH} \frac{D_v}{d_g^2} \frac{\sigma \Omega_a}{k_B T} \quad (1.7)$$

$$\dot{\epsilon}_d = A_d \frac{D_v \mu b}{k_B T} \left( \frac{\sigma}{\mu} \right)^n \quad (1.8)$$

(c)

FIGURE 1.27 – Cartes (a) contrainte/température et (b) vitesse de déformation/contrainte décrivant les mécanismes de déformation usuels dans les aciers. (c) Expression des mécanismes de fluage diffusionnel de Coble (1.6), de Nabarro-Herring (1.7) et du mécanisme de fluage diffusion (1.8).  $\Omega_a$  volume atomique,  $\delta_b$  épaisseur des joints de grains,  $k_B$  constante de Boltzmann. Les coefficients de diffusion  $D_v$  (en volume) et  $D_b$  (le long des joints de grains) sont chacun reliés à une énergie d'activation par une loi d'Arrhénus  $D = D_0 \exp(-E_a/k_B T)$ .

contournement d'Orowan contrôle la déformation du TD-Nichrome et que pour une contrainte inférieure à  $\sigma_{Or}$  la déformation viscoplastique s'arrête. Malheureusement, l'égalité  $\sigma_{seuil} = \sigma_{Or}$  n'est pas vérifiée pour l'ensemble des matériaux nano-renforcés, et notamment pour les aciers ODS.

La figure 1.29a réunit des résultats de fluage obtenus sur des nuances d'acier ODS martensitiques. Il s'agit d'un graphique  $\dot{\epsilon}$  vs  $\sigma$  sur lequel sont indiquées les valeurs mesurées expérimentalement ainsi qu'une estimation théorique de la contrainte seuil<sup>a</sup> pour chaque nuance (marqueurs noirs). La conclusion est la suivante : une déformation de fluage est observée en deçà de la contrainte d'Orowan. L'existence d'un seuil n'est pas remise en question, puisqu'aucun régime de fluage diffusion n'est atteint, mais le modèle d'Orowan ne semble pas approprié ici. Une compilation des valeurs de contrainte seuil effectuée par Arzt [Arzt, 1990] montre que  $\sigma_{seuil}$  est généralement comprise entre  $0,3\sigma_{Or}$  et  $0,8\sigma_{Or}$  et qu'elle diminue lorsque la température augmente. La figure 1.29a constitue un résumé des différentes observations issues de l'étude de nuances d'aluminium renforcées ou non [Rösler *et al.*, 1992]. Les conclusions qu'elle décrit ont en fait une portée plus générale [Arzt, 1990]. Elle indique qu'aux fortes contraintes, le comportement des matériaux nano-renforcés se rapproche de celui des matériaux non renforcés. À plus faible contrainte, sur une plage pouvant aller jusqu'à 8 ordres de grandeur en vitesse de déformation, le matériau ODS présente une sensibilité à la contrainte extrêmement importante. Dans ce domaine de température et de contrainte, un fluage à seuil est observé, probablement lié au renforcement par les nano-particules. Aux plus basses contraintes, la courbe semble présenter une nouvelle inflexion. Le fluage tend alors vers un fluage de type diffusion, avec une dépendance de la vitesse

a. contrainte seuil évaluée par le modèle de Srolovitz, qui prévoit  $\sigma_{Srolovitz} < \sigma_{Or}$  (voir section 1.5.3).

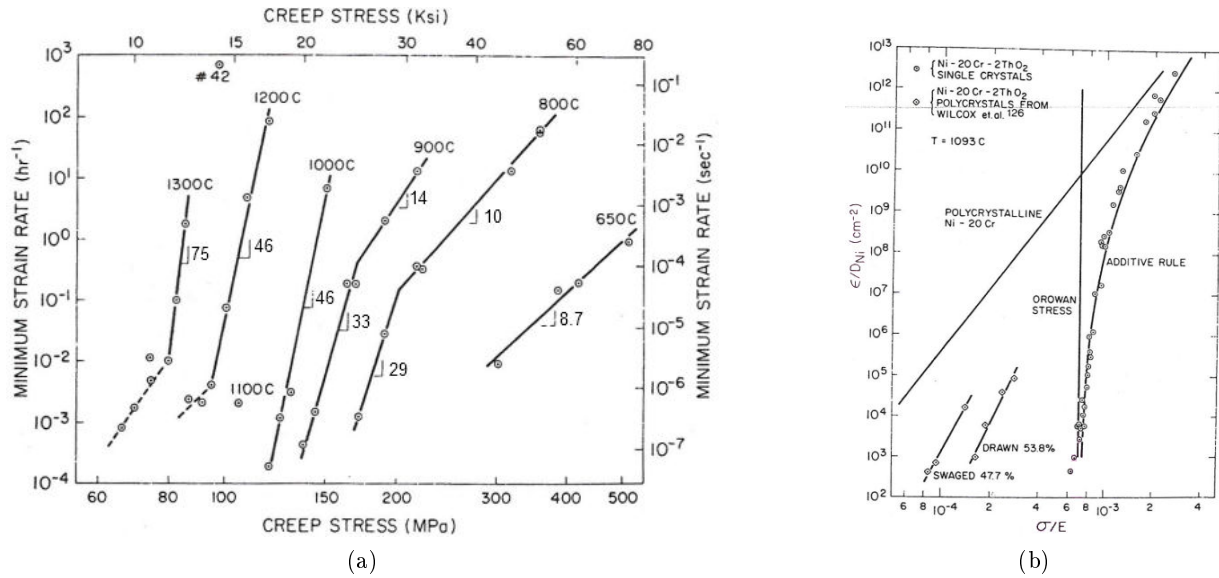


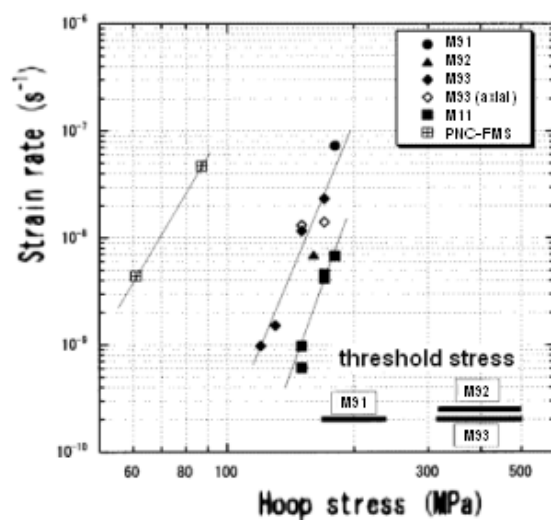
FIGURE 1.28 – (a) Résultats de fluage sur monocristaux de TD-Nichrome (Ni-20Cr-2ThO<sub>2</sub>) tracés dans un graphique vitesse de déformation/contrainte. Ces mêmes résultats sont repris dans (b) avec une vitesse de déformation normalisée par le coefficient de diffusion en volume dans le nickel et la contrainte normalisée par le module d'Young du matériau. [Lund et Nix, 1976].

de déformation linéaire par rapport à la contrainte. Ceci a été observé sur certains matériaux, mais pas de manière générale. Seuls Brandes *et al.* rapportent une telle observation pour les aciers ODS [Brandes *et al.*, 2012].

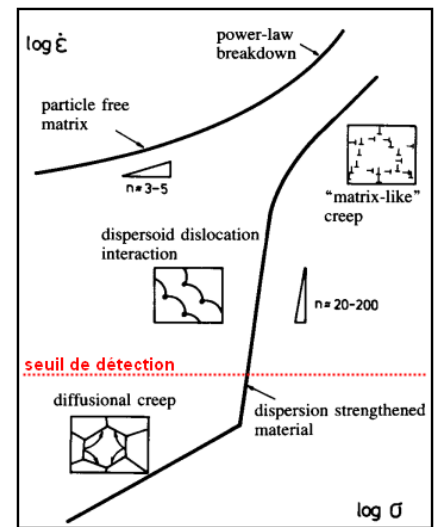
### Sensibilité apparente à la contrainte

Les deux principales caractéristiques du fluage des matériaux ODS sont donc (i) une pente très élevée dans un diagramme  $\log(\dot{\epsilon})$  vs.  $\log(\sigma)$  et (ii) la présence d'une contrainte seuil  $\sigma_{seuil}$ . L'existence d'un tel seuil, en dessous duquel *il ne se passe vraiment plus rien* n'a que peu de signification physique. Il est possible que ce seuil largement observé ne soit qu'un seuil apparent, et qu'il soit lié à la difficulté de mesurer de très faibles vitesses de déformation, comme illustré sur la figure 1.29b<sup>a</sup>. Ce seuil est néanmoins utile pour rationaliser, avec plus ou moins de succès, la très forte sensibilité apparente à la contrainte. La définition de la pente — ou sensibilité apparente à la contrainte  $n_{app}$  — est donnée par l'équation 1.9. L'équation de Norton 1.10 décrit quant à elle un fluage de type fluage à seuil. L'exposant  $n$  est le paramètre généralement utilisé pour distinguer différents mécanismes de fluage (diffusion ou dislocations). Pour  $\sigma_{seuil} = 0$ ,  $n_{app} = n$ . Mais pour un seuil non nul, la pente apparente  $n_{app}$  est plus grande que l'exposant de Norton  $n$ . Leur relation est décrite par l'équation 1.11. La contrainte seuil permet donc de définir une contrainte effective  $\sigma_{eff} = \sigma - \sigma_{seuil}$  qui semble alors commander la déformation.

a. Cette difficulté est liée à une inévitable limite de détection inhérente aux systèmes de mesures employés et à la durée consacrée aux essais.



(a)



(b)

FIGURE 1.29 – (a) Illustration du fluage de nuances ODS Fe-9CrWTiY<sub>2</sub>O<sub>3</sub> en dessous de la contrainte seuil de Srolovitz (équation 1.12 ) [Ukai *et al.*, 2002a]. (b) Comparaison schématique du comportement en fluage des alliages d'aluminium nano-renforcés et non renforcés [Rösler *et al.*, 1992].

$$n_{app} = \frac{\partial \ln \dot{\epsilon}}{\partial \ln \sigma} \quad (1.9) \quad \dot{\epsilon} = A \left( \frac{\sigma - \sigma_{seuil}}{\mu} \right)^n \quad (1.10) \quad n_{app} = \frac{n\sigma}{\sigma - \sigma_{seuil}} \quad (1.11)$$

### 1.5.3 Mécanismes de déformation à seuil

Qu'il soit véritable ou seulement apparent, l'existence d'un seuil de contrainte en dessous duquel la vitesse de déformation est extrêmement réduite a une importance considérable. Ce seuil dépend bien évidemment de la température. Sa détermination constitue une limite haute en contrainte en dessous de laquelle la déformation de fluage est *a priori* négligeable. Il s'agit donc d'un critère de dimensionnement important. Nous avons vu que le fluage avait parfois lieu pour une contrainte inférieure à  $\sigma_{Or}$ , notamment dans le cas des aciers ODS. Partant de ce constat, plusieurs modèles ont été proposés pour comprendre l'origine de cet effet de seuil et en donner une évaluation.

#### La montée des dislocations

Les premières théories élaborées afin de définir une contrainte seuil se sont intéressées au franchissement des particules par montée des dislocations. Lorsqu'une dislocation contourne un obstacle par montée, elle doit nécessairement augmenter sa longueur, et donc son énergie [Shewfelt et Brown, 1977]. Le seuil de contrainte résultant dépend de la manière dont s'effectue la montée de la dislocation. Plusieurs mécanismes ont été envisagés — montée locale ou montée généralisée — selon la longueur du segment de dislocation concerné par la montée. Le premier s'avère fortement instable et conduit en réalité au second mécanisme, qui prévoit pour sa part une contrainte seuil bien trop faible (de l'ordre de  $0,03\sigma_{Or}$ ) [Arzt et Ashby, 1982]. La conclusion de ces études est la suivante : le mécanisme de montée ne permet pas à lui seul de reproduire le comportement à seuil des matériaux renforcés par dispersion d'oxydes.

#### L'interaction attractive particule-dislocation

Une évolution théorique importante est proposée par Srolovitz *et al.* [Srolovitz *et al.*, 1982, Srolovitz *et al.*, 1983, Srolovitz *et al.*, 1984]. Alors que la différence de modules élastiques entre matrice et renforts devrait induire une répulsion des dislocations à l'approche des particules, de nombreuses observations au MET montrent des dislocations au contact de particules. En partant de ce constat, Srolovitz *et al.* établissent un cadre théorique justifiant ces observations. Ils démontrent qu'à haute température la concentration de contraintes créée autour de la particule par l'approche de la dislocation peut être relaxée par diffusion à l'interface particule/matrice. Grâce à cette relaxation, une dislocation est bien en mesure d'atteindre l'interface particule/matrice. Cela constitue un résultat majeur. Par la suite, les auteurs supposent que le segment de dislocation en contact avec l'interface est absorbé par celle-ci. En faisant une analogie avec une dislocation interagissant avec une cavité, et en s'appuyant sur les travaux de Weeks *et al.* [Weeks *et al.*, 1969], les auteurs indiquent quelle contrainte critique doit être atteinte afin que la dislocation puisse se détacher grâce à la diffusion de lacunes vers la particule et poursuivre son glissement :

$$\tau_{Srolovitz} = \frac{\mu b}{2\pi(1-\nu)L} \left[ \frac{\pi^2}{12} + \ln(d/2r_0) \right] \quad (1.12)$$

avec  $d$  le diamètre moyen des particules,  $L$  la distance moyenne entre particules et  $r_0$  le *rayon de coupure* des dislocations pris égal à  $b$ . La contrainte seuil établie par le modèle de Srolovitz s'avère en réalité très proche de la contrainte d'Orowan. Elle ne permet donc pas de rendre compte de l'existence d'un fluage en dessous de cette contrainte (voir figure 1.29a).

### ***Departure side pinning* – ou épinglement après franchissement**

De nouvelles observations en microscopie électronique en transmission vont alors permettre de faire évoluer la théorie de l'interaction particule/dislocation à haute température. Elles sont présentées dans la figure 1.30. Elles mettent en évidence le mécanisme de *departure side pinning* : la dislocation reste épinglée sur la particule alors qu'elle l'a déjà franchie. Ces observations

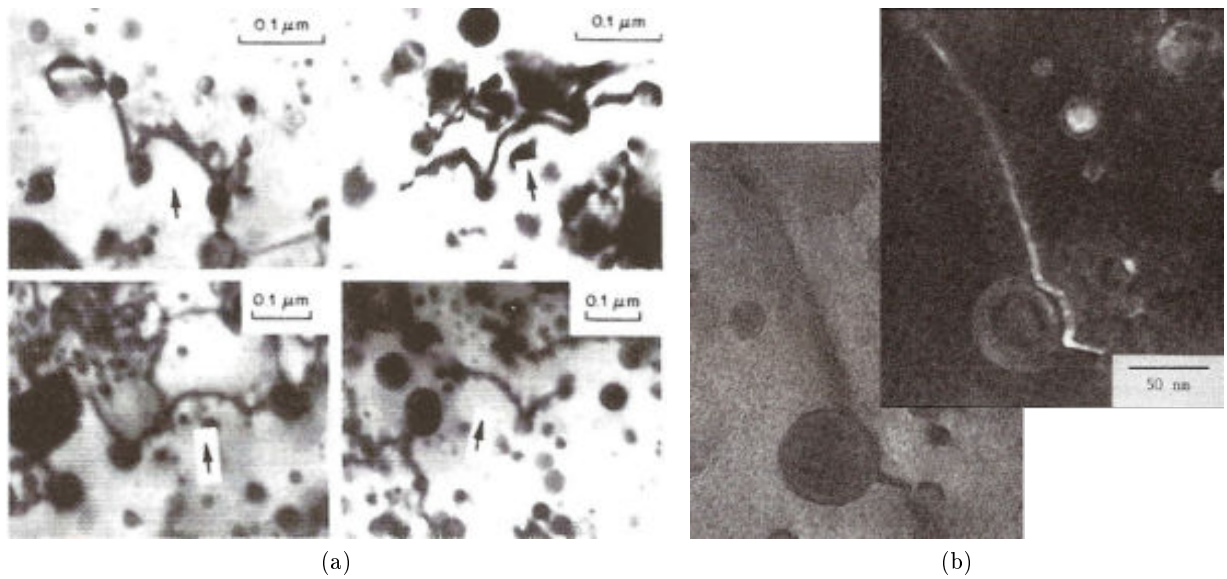


FIGURE 1.30 – Premières observations du mécanisme de *departure side pinning* sur deux nuances ODS base nickel : (a) MA754 [Nardone *et al.*, 1984] et (b) MA6000 [Schroder et Arzt, 1985].

montrent selon Nardone *et al.* [Nardone *et al.*, 1984] que la dislocation se trouve dans une configuration de faible énergie et que la contrainte seuil observée découle du détachement qui doit nécessairement intervenir. Arzt et Wilkinson vont formaliser cela en supposant que le segment de dislocation en contact avec la particule voit sa tension de ligne, et donc son énergie, réduite d'un facteur  $k$  :  $T'_L = kT_L$  avec  $k$  compris entre 0 (relaxation totale) et 1 (pas de relaxation) [Arzt et Wilkinson, 1986]. Les auteurs montrent alors qu'il suffit d'une relaxation relativement faible ( $k = 0.94$ ) pour que le mécanisme de détachement de la particule soit prépondérant par rapport au mécanisme de montée qui s'est nécessairement déroulé en amont. Ils déterminent une contrainte seuil  $\tau_d = \tau_{Or}\sqrt{1 - k^2}$  correspondant à la contrainte nécessaire au détachement de la dislocation. Bien que le paramètre  $k$  soit difficile à évaluer expérimentalement, des niveaux de relaxation modérés ( $k \sim 0,6 - 0,94$ ) conduisent aux ordres de grandeur des contraintes seuil obser-

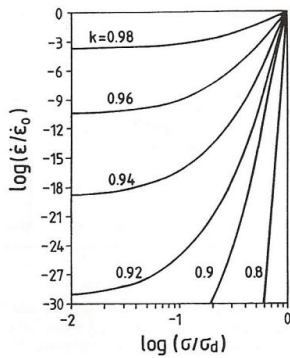
vées expérimentalement ( $\sigma_{seuil} = 0,3 - 0,8 \sigma_{Or}$ ). Par la suite, Reppich va affiner cette expression en prenant en compte une distribution spatiale aléatoire des particules et obtient la relation 1.13 dans laquelle  $M$  est le facteur de Taylor [Reppich, 1998].

$$\sigma_d = \frac{0,9M (1 - k^2)^{3/4} \mu b}{1 + (1 - k^2)^{3/4} L} \quad (1.13)$$

L'interaction de nature attractive étudiée par Arzt et Wilkinson est largement évoquée dans la littérature en ce qui concerne les matériaux ODS. Un modèle de fluage en est d'ailleurs issu. Il est présenté dans la section 1.5.4.

#### 1.5.4 Le modèle de fluage Arzt-Rösler-Wilkinson

Sur la base des travaux de Arzt et Wilkinson, Rösler et Arzt s'intéressent en détail à la cinétique des phénomènes mis en évidence (montée puis détachement) en présence d'une interaction attractive telle qu'observée par Srolovitz [Rösler et Arzt, 1988, Arzt et Rosler, 1988, Rösler et Arzt, 1990]. Ils démontrent que l'interaction attractive, symbolisée par le facteur  $k$ , permet de stabiliser le phénomène de montée *locale* et confirment ainsi les résultats de Arzt et Wilkinson. Ils étudient l'influence de la diffusion de lacunes sur le détachement de la dislocation et proposent alors un modèle de fluage (équation 1.14a) faisant intervenir le module de cisaillement  $\mu$ , la distance entre particules  $L$ , la densité de dislocations  $\rho$ , le coefficient de diffusion en volume  $D_v$  la température  $T$  et la contrainte d'Orowan  $\sigma_{Or}$  intervenant dans l'expression de la contrainte seuil  $\sigma_d$  (équation 1.14b). À partir de ce modèle, il est possible d'évaluer l'exposant de contrainte  $n$  (équation 1.14c). Ce modèle envisage la situation d'une dislocation bloquée à l'interface d'une particule et soumise à une contrainte  $\sigma$  insuffisante pour s'en détacher ( $\sigma < \sigma_d$ ). En considérant que le surplus d'énergie nécessaire au détachement de la dislocation puisse être fourni par agitation thermique, les auteurs déterminent la vitesse de déformation associée au détachement de la dislocation par absorption d'une lacune.



$$\dot{\epsilon} = \frac{3\rho L D_v}{b} \exp \left( \frac{\mu b^2 r}{k_B T} \left[ (1 - k) \left( 1 - \frac{\sigma}{\sigma_d} \right) \right]^{3/2} \right) \quad (1.14a)$$

$$\sigma_d = \sqrt{1 - k^2} \times \sigma_{Or} \quad (1.14b)$$

$$n = \frac{\partial \ln \dot{\epsilon}}{\partial \ln \sigma} = \frac{3 \mu b^2 r}{2 k_B T} (1 - k)^{3/2} (1 - \sigma/\sigma_d)^{1/2} \sigma/\sigma_d \quad (1.14c)$$

FIGURE 1.31 – Équations et illustration du modèle de fluage ARW décrivant le détachement activé thermiquement des dislocations épinglées à l'interface particule/matrice après avoir franchi la particule.

Ce modèle de fluage possède une grande capacité à reproduire les données expérimentales de matériaux renforcés par dispersion d'oxydes. Ceci a été constaté pour des alliages à base d'aluminium [Spigarelli, 2002], mais également pour des alliages de cuivre [Wasilkowska *et al.*, 2003, Kudashov *et al.*, 2004, Kucharova *et al.*, 2003] et de fer [Zakine *et al.*, 1996c, Rösler *et al.*, 1992, Brandes *et al.*, 2012]. Du fait de la difficulté d'identifier le paramètre  $k$ , il sert généralement de paramètre ajustable. La figure 1.32a présente des résultats obtenus sur un alliage d'aluminium Al-8Fe-4Ce.

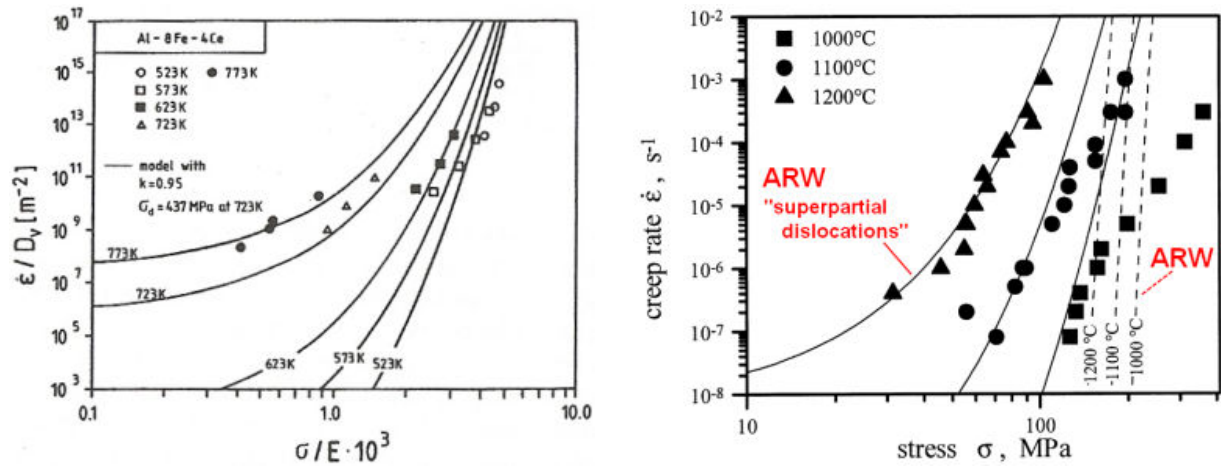


FIGURE 1.32 – (a) Modèle de fluage ARW appliqué à un alliage Al-8Fe-4Ce renforcé par des précipités intermétalliques ( $k = 0,95$ ) [Rösler et Arzt, 1990]. (b) Modèle ARW adapté au cas des dislocations partielles ( $k = 0,93$ ) [Arzt et Gohring, 1998].

Dans certains cas, le modèle tel que défini par l'équation 1.14a ne permet pas de reproduire les données expérimentales. Ce constat a donné lieu à la définition de versions modifiées du modèle ARW notamment dans le cas d'alliages présentant des dislocations dissociées en dislocations partielles (cf. figure 1.32b) et dans le cas d'un alliage d'aluminium fortement texturé (cf. figure 1.33a). La figure 1.33b présente les résultats récemment obtenus sur une nuance d'acier ODS ferritique, le 14YWT, par Brandes *et al.* [Brandes *et al.*, 2012]. Leur modèle de fluage, noté KAA, est fortement inspiré du modèle ARW. Il considère une interaction attractive entre les nano-renforts et les dislocations mais décrit la libération de ces dernières non pas comme étant assistée par la diffusion de lacunes, mais comme étant favorisée par l'activation thermique. Ce modèle reproduit correctement la saturation de la vitesse de déformation observée en fluage à bas niveau de contrainte sur cette nuance.

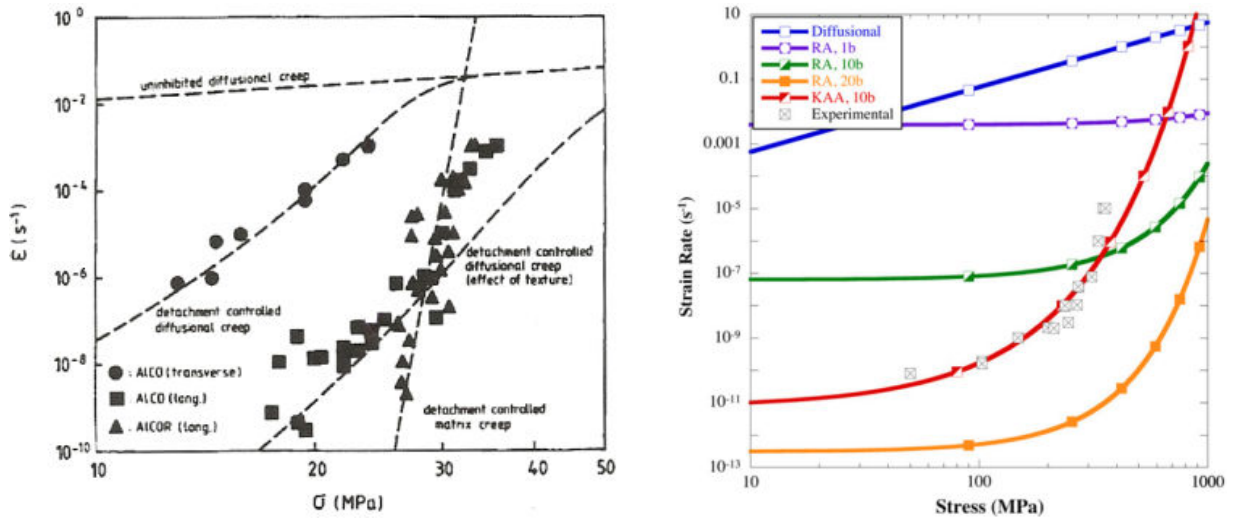


FIGURE 1.33 – Modèles dérivés du modèle ARW. (a) Modèle ARW décrivant un effet de texture cristallographique par la prise en compte de la densité de dislocation *coin* aux joints de grains  $\rho_{gb}^e$  pour un alliage AlCo élaboré par extrusion à chaud et pour sa version recristallisée (AlCoR) ( $k = 0,80$ ) [Rösler *et al.*, 1992]. (b) Comparaison du modèle ARW (noté RA) et du modèle KAA dans le cas du fluage en compression à 800°C de la nuance 14YWT [Brandes *et al.*, 2012].

### 1.5.5 Les simulations par dynamique des dislocations

Dans une étude récente en dynamique des dislocations [Quek *et al.*, 2011], il a été montré que, parmi les nombreuses interactions possibles entre une particule et une dislocation<sup>a</sup>, une interaction similaire aux observations de *departure side pinning* était possible. Elle est présentée dans la figure 1.34.

Les principaux résultats de cette étude sont les suivants : (i) une particule cohérente interagissant avec des dislocations peut devenir semi-cohérente par adjonction de boucles de dislocation de *misfit* à son interface avec la matrice, (ii) une particule cohérente ne constitue pas une véritable barrière au mouvement de la dislocation alors qu'en revanche (iii) une particule semi-cohérente interagissant avec une dislocation conduit à un seuil lié au détachement de la dislocation qui s'étire avant de pouvoir se libérer de la particule. Le mécanisme est proche de celui à la base du modèle ARW, même si une différence importante est à noter. Dans le modèle ARW, le détachement de la dislocation s'effectue grâce à la diffusion d'une lacune permettant de reconstruire le cœur de la dislocation sur le point de se détacher de la particule. Dans les simulations rapportées ici, la dislocation n'est retenue que par les forces qui s'exercent entre la dislocation elle-même, la particule et les dislocations de *misfit* symbolisant la semi-cohérence de l'interface. De ce point de vue, la modification du modèle ARW proposée par Brandes *et al.* [Brandes *et al.*, 2012] se ba-

a. dépendant de la cohérence de la particule, de la mobilité en montée de la dislocation, de la nature vis ou coin de la ligne de dislocation initiale, de la hauteur du plan de glissement relativement au plan médian de la particule, de l'énergie de faute d'empilement... [Xiang *et al.*, 2004, Xiang et Srolovitz, 2006].



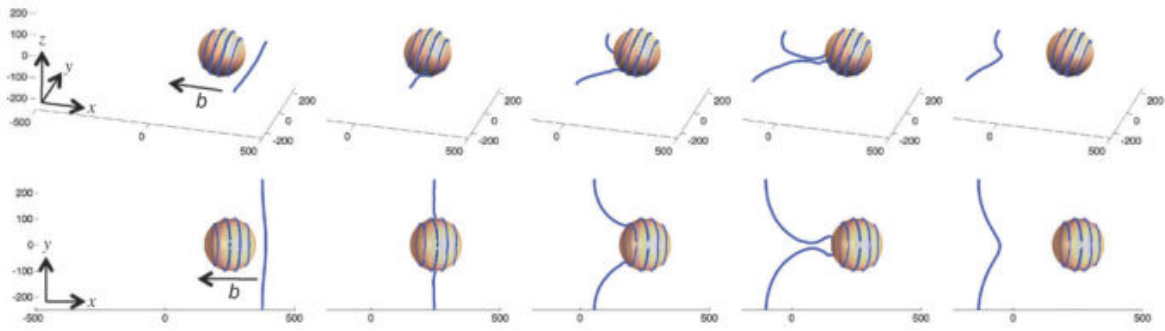


FIGURE 1.34 – Vue en 3-Dimensions (haut) et vue du dessous (bas) d’une dislocation coin interagissant avec une particule de 50 nm de diamètre. Le plan de glissement initial se situe au-dessus du plan médian de la particule. Les trois boucles de dislocations présentes initialement autour de la particule symbolisent les dislocations de *misfit* caractérisant une interface semi-cohérente. La dislocation se déplace selon  $-x$  et la progression des images s’effectue de gauche à droite [Quek *et al.*, 2011].

sant sur un détachement par activation thermique uniquement (sans diffusion de lacunes) semble appropriée.

Les simulations de dynamique discrète des dislocations effectuées par Robertson et Gururaj indiquent pour leur part la possibilité d’observer une accumulation de boucles de dislocations autour des nano-particules [Robertson et Gururaj, 2011]. Des empilements de 1 à 3 dislocations sont ainsi observés par ces auteurs, comme illustré sur la figure 1.35a. Le champ de contrainte induit par ces empilements est alors suffisamment intense pour permettre à une dislocation de contourner une particule de 20 nm de diamètre par glissement dévié. La description de ce mécanisme ressemble fortement aux observations de Wilcox et Clauer [Wilcox et Clauer, 1966], qui rapportent à la fois l’observation d’enchevêtrements de dislocations et de boucles prismatiques attachées aux particules de thoria présentes au sein du TD-Nickel. Ces boucles, repérées par des flèches dans la figure 1.35b, pourraient résulter d’un franchissement des particules par glissement dévié.

### 1.5.6 Bilan sur les mécanismes de déformation

En se basant sur la microstructure des aciers nano-renforcés, nous avons présenté toute une série de mécanismes pouvant intervenir dans la description de leur comportement mécanique : les mécanismes de déformation usuels en termes de renforcement et de comportement à haute température. Nous avons également insisté sur la particularité des ODS que représente le fluage à seuil apparent, allié à un exposant de sensibilité à la contrainte très élevé. Différents mécanismes pouvant rendre compte de ce comportement ont été décrits, et notamment le modèle de fluage ARW basé sur le mécanisme de *departure side pinning*.

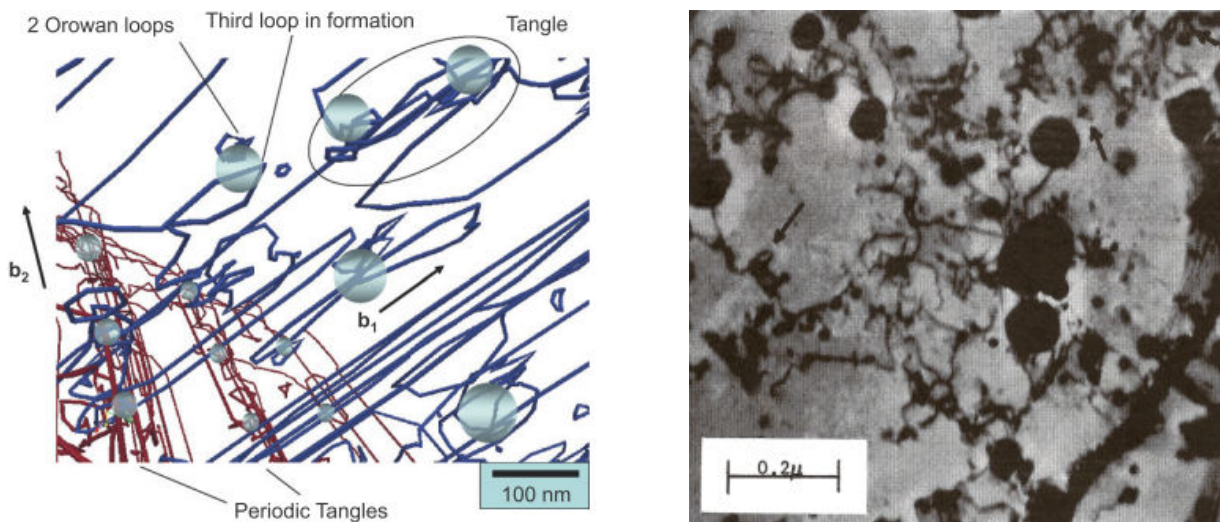


FIGURE 1.35 – (a) Modélisation du mouvement des dislocations au sein de la nuance MA957 faisant apparaître des enchevêtrements et empilements de dislocations autour de particules (de diamètre 20 nm) et rendant possible le contournement des particules par glissement dévié [Robertson et Gururaj, 2011]. (b) Observation d'enchevêtrement de dislocations et de boucles prismatiques (indiquées par les flèches) au sein de TD-Nickel sollicité en fluage à 450°C [Wilcox et Clauer, 1966].

## 1.6 Conclusion

Ce premier chapitre a eu pour objet de présenter les aciers ferrito-martensitiques nano-renforcés, héritiers d'un siècle d'étude du renforcement par dispersion d'oxydes. L'élaboration de ces matériaux par métallurgie des poudres est en soi un défi puisqu'elle s'avère d'une part très délicate et d'autre part extrêmement déterminante en ce qui concerne les propriétés du produit fini. Le broyage influence directement les propriétés de résilience du matériau, ainsi que son homogénéité. La température de consolidation joue notamment sur la taille des nano-renforts et sur la taille des grains. Le choix du procédé de consolidation détermine l'anisotropie éventuelle du matériau. La composition chimique du matériau est également essentielle vis-à-vis de la nature même des nano-renforts.

La complexité de l'élaboration conduit à un matériau que l'on peut décrire par trois points essentiels que sont (i) la répartition spatiale des nano-particules, leur taille et leur degré de cohérence avec la matrice, (ii) la taille et la morphologie des grains et (iii) la texture cristallographique. Les aciers ODS *modernes* contiennent ainsi une très forte densité de nano-renforts de seulement quelques nanomètres de diamètre, distribués à la fois dans les grains et le long des joints de grains. Ces nano-renforts sont cohérents ou, *a minima*, semi-cohérents avec la matrice. La taille de grain observée est micronique à submicronique. La particularité des nuances ODS ferritiques obtenus par extrusion à chaud est leur anisotropie de microstructure, en termes de morphologie des grains et de texture cristallographique. Cette anisotropie de microstructure conduit à des propriétés mécaniques anisotropes, identifiées notamment sur des tubes sollicités en pression interne.

Les propriétés mécaniques des aciers ODS ont été également présentées. En comparaison avec des nuances non renforcées, elles sont très bonnes en traction et en fluage. Les propriétés de résilience sont à surveiller puisque certaines voies d'élaboration conduisent à des valeurs de la température de transition ductile-fragile rédhibitoires. La très grande stabilité de la microstructure a été soulignée, que ce soit en température ou sous irradiation. Le rôle primordial des nano-renforts dans cette stabilité a été mis en évidence, bien qu'un bémol concernant une éventuelle dissolution des nano-précipités à très forte dose d'irradiation ait été souligné.

Enfin les mécanismes de déformation qui sont probablement à l'œuvre ont été décrits. Le comportement de fluage à seuil des aciers ODS a été mis en évidence et différents modèles ont été proposés pour en rendre compte. Un renforcement important pourrait être lié au mécanisme de *departure side pinning*. La semi-cohérence des nano-particules pourrait alors être un atout essentiel, en termes de stabilité en température de la microstructure tout comme en termes de propriétés mécaniques.

Les nuances d'aciers ODS dont l'utilisation est envisagée pour de futurs réacteurs (RNR-Na, LFR, SCWPR, et réacteurs de fusion nucléaire) sont tous à l'étape de développement. De nombreuses études se sont penchées sur l'influence des paramètres d'élaboration sur les propriétés mécaniques, dans l'objectif d'améliorer le procédé d'élaboration. Elles ont permis, en ce qui concerne l'obtention de matériaux extrudés, d'aboutir à un mode de fabrication relativement bien maîtrisé. Parmi les études du comportement mécanique des nuances obtenues, seules quelques unes proposent une interprétation des résultats en termes de mécanismes de déformation. Il s'agit en général d'indiquer la pertinence de tel mécanisme pour expliquer la limite d'élasticité du ma-

---

tériau. À notre connaissance, aucune étude n'a été menée dans un objectif global de modélisation du comportement mécanique des aciers ODS à la fois en termes de résistance mécanique, de comportement en fluage et d'anisotropie. La présente étude a ainsi pour objectif de décrire le comportement des aciers ODS ferritiques en prenant comme point de départ leur microstructure anisotrope.



## Chapitre 2

# Caractérisation microstructurale de la nuance ODS 14Cr J05

### Sommaire

<b>2.1 Paramètres d'élaboration et composition chimique . . . . .</b>	<b>74</b>
2.1.1 Atomisation et co-broyage . . . . .	74
2.1.2 Consolidation par extrusion à chaud . . . . .	74
2.1.3 Composition chimique du matériau . . . . .	75
<b>2.2 Microstructure à l'état de réception . . . . .</b>	<b>76</b>
2.2.1 Taille de grains . . . . .	76
2.2.2 Nano-renforts et particules micrométriques . . . . .	77
2.2.3 Texture cristallographique mesurée par DRX . . . . .	78
<b>2.3 Bilan des premières caractérisations . . . . .</b>	<b>80</b>
<b>2.4 Cartographies EBSD et texture locale . . . . .</b>	<b>82</b>
<b>2.5 Dépendance de la taille de grains vis-à-vis de la désorientation intergranulaire . . . . .</b>	<b>83</b>
<b>2.6 Conclusion . . . . .</b>	<b>89</b>

Ce deuxième chapitre a pour but de présenter en détail la nuance ODS qui a servi de matériau support à ce travail de thèse. Il s'agit d'une nuance ferritique contenant 14% de chrome dénommée J05 dans la suite de ce manuscrit. Son élaboration ainsi que sa microstructure sont présentées et comparées à d'autres nuances de la littérature.

## 2.1 Paramètres d'élaboration et composition chimique

### 2.1.1 Atomisation et co-broyage

La nuance étudiée a été consolidée par filage au LTME<sup>a</sup> à partir d'une poudre pré-alliée atomisée produite par *Aubert & Duval* et co-broyée par *Plansee*. L'atomisation de l'acier pré-allié a été réalisée sous atmosphère protectrice d'argon. Elle permet d'obtenir des grains de poudre de forme sphérique. Le diamètre de ces grains de poudre est compris entre 5  $\mu\text{m}$  et 250  $\mu\text{m}$ , pour une valeur moyenne de 78  $\mu\text{m}$  [Olier *et al.*, 2011]. La poudre d'oxyde d'yttrium  $\text{Y}_2\text{O}_3$  utilisée a été fournie par *NanoTEK*. Sa granulométrie moyenne est de 24 nm. L'étape de co-broyage a été effectuée au sein d'un attriteur vertical, sous atmosphère protectrice d'hydrogène et avec un rapport masse des billes / masse de poudre de 15. Le co-broyage dure environ 10 h et conduit à l'obtention de grains de poudre aplatis dont le diamètre moyen atteint 100  $\mu\text{m}$  (cf. figure 1.2, section 1.2.1).

### 2.1.2 Consolidation par extrusion à chaud

La poudre co-broyée est introduite dans une billette en acier doux de 75 mm de diamètre extérieur et d'environ 300 mm de long. Celle-ci est tout d'abord scellée par introduction d'un bouchon à l'aide d'une presse, ce qui porte la densité de la poudre à 60% [Couvrat, 2011]. Un préchauffage permet d'atteindre la température de 400°C à laquelle une étape de dégazage sous vide secondaire d'une durée de 2 h est effectuée. Ce dégazage a pour but de limiter la présence de porosités dans le matériau final. La billette est alors portée à la température de filage, soit 1100°C. La consolidation de la poudre est illustrée dans la figure 1.3a (section 1.2.2). Elle est effectuée à l'aide d'une presse verticale de 575 tonnes. Les éléments de cette presse entrant en contact avec la billette sont préalablement lubrifiés par utilisation de graphite et maintenus à une température de 400°C [Sornin et Couvrat, 2010]. Le filage est réalisé à une vitesse de 20  $\text{mm} \cdot \text{s}^{-1}$  et dure quelques secondes seulement. Il est suivi d'un refroidissement sous air. Le diamètre de sortie de la filière est de 21 mm, ce qui correspond à un rapport de filage<sup>b</sup> de 13:1. La barre ainsi obtenue mesure 21 mm de diamètre (gaine en acier doux comprise) et d'environ 1 m de long.

### Traitement thermique et laminage à froid

Après l'étape de filage à chaud, la nuance étudiée n'a pas subi de laminage à froid. Elle a subi un simple traitement thermique de restauration à 1050°C, pendant 1 h, avec refroidissement sous air. La barre ainsi obtenue est constituée d'un cœur en acier ODS de 15 mm de diamètre entouré d'une gaine en acier doux de 3 mm d'épaisseur. Elle est représentée dans la figure 2.1a. La dureté

---

a. Laboratoire de Technologie des Matériaux Extrêmes, DEN/DANS/DMN/SRMA, CEA Saclay.

b. défini comme le rapport des sections de la barre avant et après filage.

moyenne du cœur ODS est de 400 HV<sub>0.1</sub>. La densité de dislocations estimée à partir de clichés MET est de l'ordre de  $10^{14} \text{ m}^{-2}$  [Praud, 2011]. La figure 2.1b présente une micrographie optique d'une coupe longitudinale de cette barre. La microstructure a été révélée en polissant l'échantillon avec une suspension de silice colloïdale. Les grains sont bien trop fins pour être distingués mais la direction d'extrusion (horizontale) est tout de même visible. La légère attaque induite par la silice révèle en effet ce qui ressemble à des bandes de grains allongées dans la direction de filage.

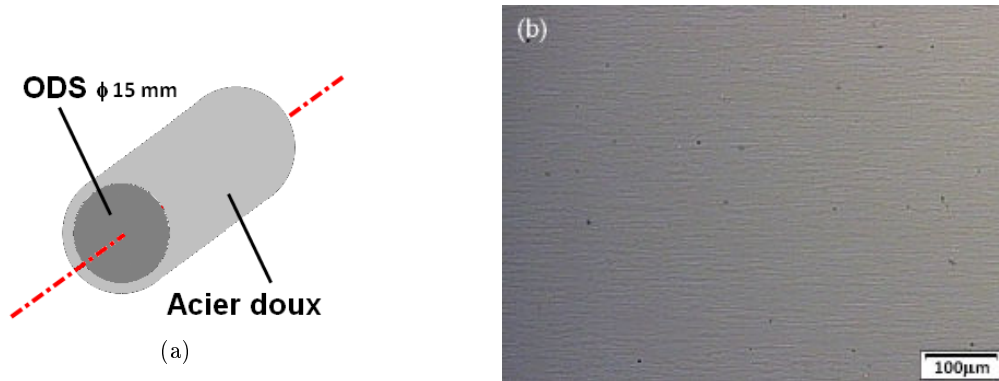


FIGURE 2.1 – (a) Illustration de la barre ODS J05 filée avec sa gaine en acier doux et (b) micrographie optique d'une coupe longitudinale. La barre d'échelle est parallèle à la direction d'extrusion.

### 2.1.3 Composition chimique du matériau

La composition nominale de la nuance étudiée est Fe-14Cr-1W-0,26Ti-0,3Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>. Le taux de chrome retenu permet de garantir le caractère inoxydable de l'acier ainsi élaboré. Il confère une structure cubique centrée à la matrice de fer (de paramètre de maille  $a = 2.876 \text{ nm}$ ). Le tungstène permet quant à lui d'assurer un durcissement par solution solide de cette matrice ferritique. L'ajout d'yttrium rend possible la formation des nano-oxydes au cours de l'élaboration du matériau et le titane permet d'affiner la taille de ces particules (voir 1.1.3). La composition chimique du matériau consolidé a été mesurée par spectrométrie par émission atomique [Olier *et al.*, 2010]. Elle est présentée dans le tableau 2.1. Elle est proche de celle attendue pour les éléments principaux (Cr, W, Ti, Y). La teneur en oxygène mesurée correspond à la quantité d'oxygène introduit sous forme de poudre d'Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>. Cela signifie que pour cette nuance la contamination par l'oxygène au cours du procédé d'élaboration a été extrêmement réduite. Le carbone et l'azote détectés proviennent quant à eux d'une contamination de la poudre au cours de l'étape de co-broyage [Olier *et al.*, 2011].



Fe	Cr	W	Ti	Y	Si	Ni	Mn	0	N	C
bal.	13,65	1,17	0,30	0,26	0,27	0,16	0,33	720	120	440
(a)								(b)		

Tableau 2.1 – Composition chimique de la barre J05 consolidée par extrusion à chaud à partir des poudres produites par *Aubert & Duval* et *NanoTEK* et co-broyées par *Plansee*. Les valeurs sont exprimées (a) en pourcentage massique et (b) en ppm (ou  $\mu\text{g/g}$ ) [Olier *et al.*, 2010].

## 2.2 Microstructure à l'état de réception

### 2.2.1 Taille de grains

Du fait d'une élaboration par extrusion à chaud, avec un rapport de filage de 13:1, la microstructure du matériau à l'état de réception est étirée dans la direction axiale de la barre. Les clichés MET présentés dans la figure 2.2 illustrent cela. Les grains de ferrite apparaissent allongés dans la direction d'extrusion. Leur longueur moyenne est de  $1,2\ \mu\text{m}$ . Ils sont équiaxes dans une section transverse de la barre, avec un diamètre moyen de  $500\ \text{nm}$ . Leur rapport de forme moyen est d'environ 2,5.

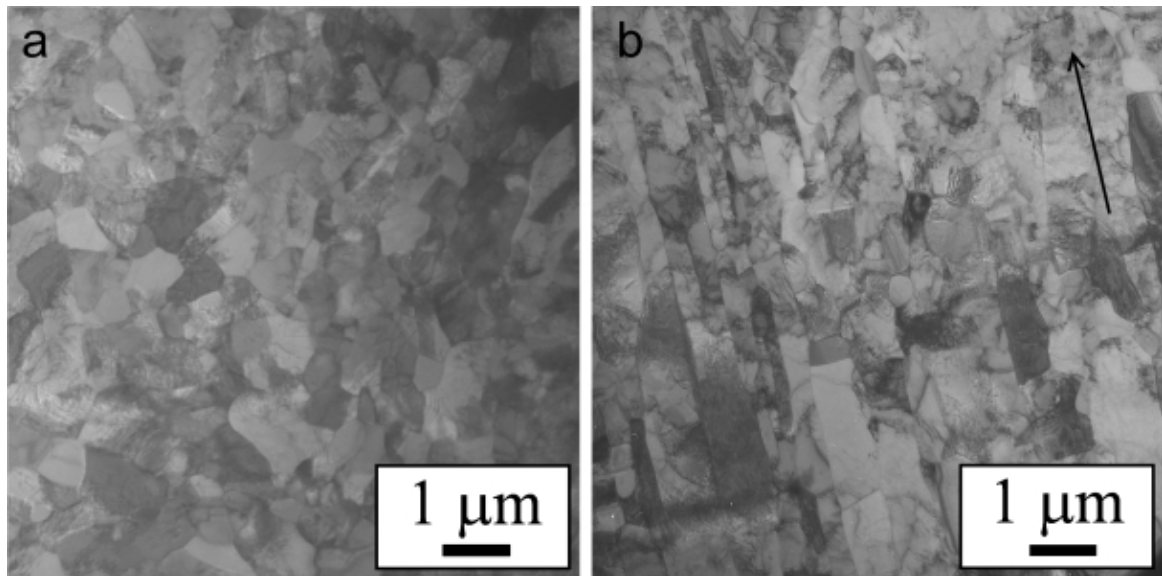


FIGURE 2.2 – Microstructure de l'acier J05 à l'état de réception. La direction d'extrusion est respectivement (a) perpendiculaire à la micrographie et (b) indiquée par la flèche. Observations MET réalisées par M. Praud et publiées dans [Steckmeyer *et al.*, 2010].

### 2.2.2 Nano-renforts et particules micrométriques

#### Nano-renforts

La microscopie électronique en transmission permet d'analyser la distribution spatiale des nano-particules. Les particules sont présentes aussi bien au sein des grains que sur les joints de grains. Leur répartition n'est pas parfaitement homogène puisqu'à l'intérieur d'un même grain, certaines zones peuvent être plus riches en particules que d'autres, comme le montre la figure 2.3a. L'analyse des clichés obtenus conduit à une distribution de taille de nano-renforts indiquée dans la figure 2.3b. Le diamètre moyen des nano-particules est de 2,3 nm et leur densité spatiale est de l'ordre de  $5.10^{22} \text{ m}^{-3}$ .

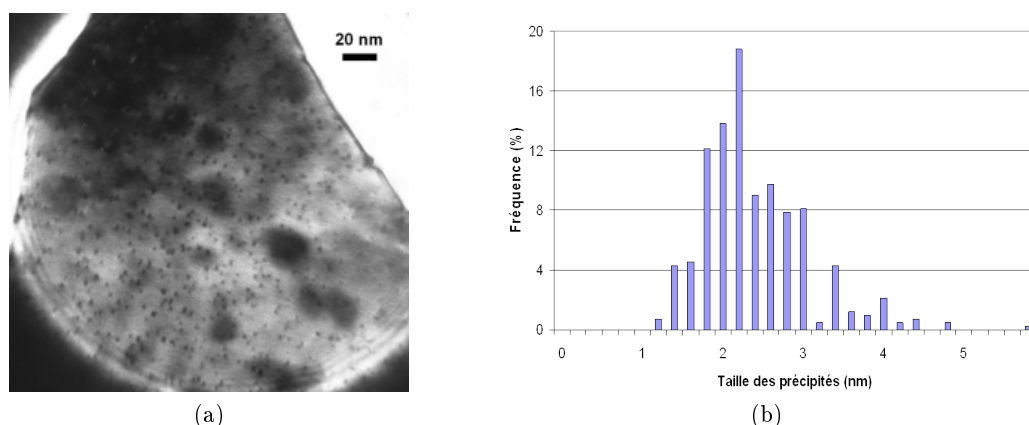


FIGURE 2.3 – (a) Cliché MET de la précipitation nanométrique de la nuance J05 et (b) distribution de taille des nano-particules [Praud, 2011].

La question de la nature des nano-particules a été longuement évoquée dans la section 1.3.2. L'étude de Ribis et al. évoquée précédemment a été réalisée sur la nuance J05 étudiée ici. Elle concluait à l'observation de particules d' $\text{Y}_2\text{Ti}_2\text{O}_7$  après croissance par traitement thermique à  $1300^\circ\text{C}$  [Ribis et de Carlan, 2012]. Des mesures en diffraction des rayons X, présentées dans la figure 2.4, confirment la présence de pics de diffraction liés à la présence d' $\text{Y}_2\text{Ti}_2\text{O}_7$  de structure cubique à face centrée après traitement thermique, mais également avant traitement thermique. Ces mesures révèlent également la présence de carbures de type  $\text{M}_{23}\text{C}_6$  à l'état de réception comme après traitement thermique [Malaplate et Fournier, 2010]. Ces carbures n'ont pas été observés en microscopie.

#### Particules riches en titane et aluminium

Deux autres populations de particules, non identifiées en DRX, sont facilement observables par microscopie électronique à balayage. La plus notable est une population d'oxydes de titane dont la composition est vraisemblablement  $\text{TiO}_2$ . Ces particules ont un diamètre qui est généralement compris entre 100 nm et 200 nm. Elles sont situées quasi-exclusivement au niveau des joints de

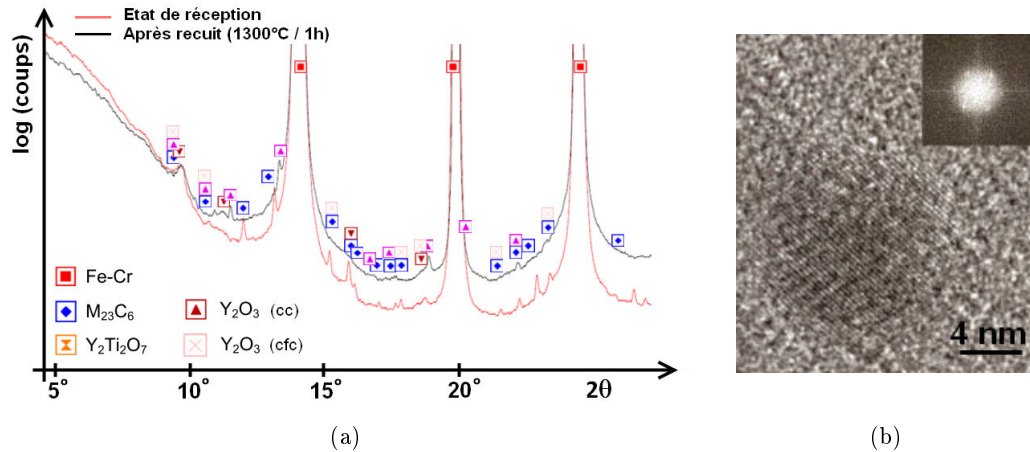


FIGURE 2.4 – (a) Diffractogramme acquis par DRX à 25 MeV sur la nuance J05 avant et après recuit d'1 h à 1300°C. (b) précipité nanométrique imagé par MET-HR dont la transformée de Fourier est compatible avec une structure  $Y_2Ti_2O_7$ .

grains. Elles sont visibles sur la figure 2.5. Elles forment des chapelets le long de certains joints de grains (voir figure 2.5), qui de ce fait correspondent très probablement à la surface d'anciens grains de poudre. La figure 2.5 révèle également la présence de particules encore plus grosses. Il s'agit de particules riches en aluminium dont la taille est de l'ordre de 1  $\mu m$ . Par analogie avec le MA957 évoqué dans le chapitre précédent, il s'agit vraisemblablement de particules d' $Al_2O_3$ . L'aluminium ne fait pas partie de la composition spécifiée initialement pour le J05. Les raisons de sa présence sont probablement les mêmes que celles évoquées pour le MA957, à savoir une pollution en cours de broyage ou un acier pré-allié contaminé par l'aluminium avant son atomisation.

### 2.2.3 Texture cristallographique mesurée par DRX

L'analyse de la texture cristallographique de la nuance J05 par diffraction des rayons X est présentée dans la figure 2.6. Les figures 2.6a et 2.6b indiquent que la figure de pôles  $\{110\}$  admet une symétrie de révolution quasi-parfaite autour de la direction axiale de la barre, avec un pic central. Les figures de pôles  $\{200\}$  et  $\{211\}$  (figures 2.6c et 2.6d) ont également une symétrie de révolution, mais ne possèdent pas de pic central. La texture du matériau est donc une texture de fibre de type  $\{110\}$ . C'est la première caractéristique de la texture cristallographique des nuances ODS ferritiques élaborées par extrusion à chaud. La seconde caractéristique est la très forte acuité de cette fibre. Celle-ci peut être caractérisée par l'indice de texture  $J$ , qui définit l'écart d'une texture par rapport à une texture isotrope (voir annexe C). Il vaut 7 pour la barre J05 d'après les mesures DRX et vaut 1 pour une texture isotrope.

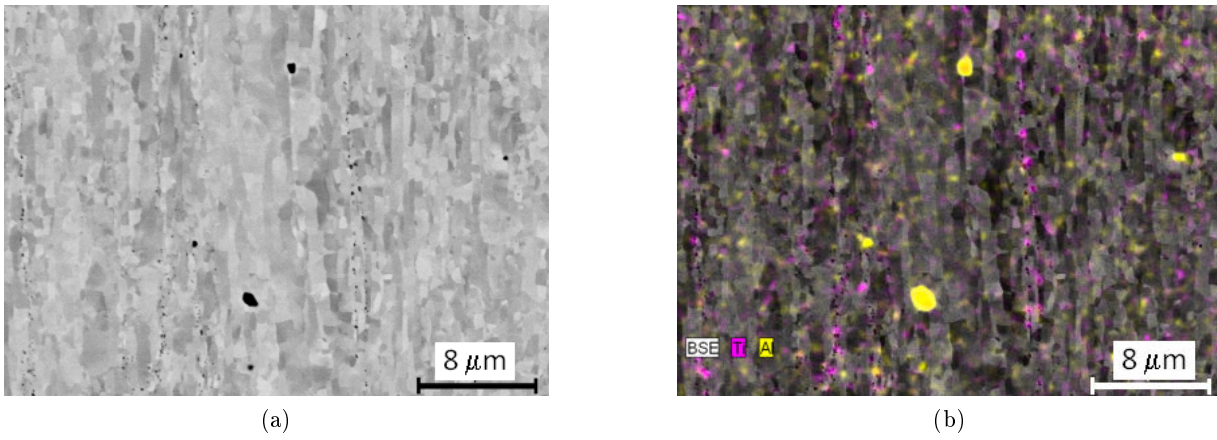


FIGURE 2.5 – Observation au MEB de la nuance J05 à l'état de réception. (a) image en électrons secondaires et (b) montage résultant d'une cartographie élémentaire obtenue par analyse EDS indiquant en violet la répartition du titane et en jaune celle de l'aluminium.

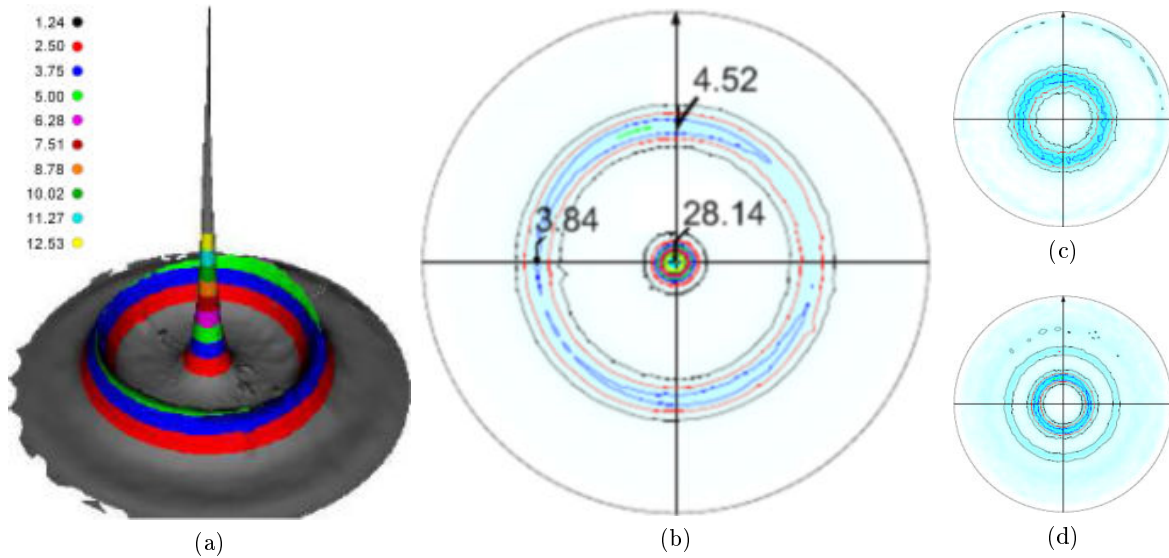


FIGURE 2.6 – Analyse DRX de la texture cristallographique de la nuance ODS J05. Figure de densité de pôles  $\{110\}$  (a) et figures de pôles  $\{110\}$  (b),  $\{200\}$  (c) et  $\{211\}$  (d). Le centre de chaque figure de pôles indique la direction de filage de la barre. Données expérimentales issues de [Béchade, 2009, Steckmeyer *et al.*, 2010]. La définition de la densité de pôles est présentée dans l'annexe C (équation C.1).

## 2.3 Bilan des premières caractérisations

Les données microstructurales obtenues permettent de situer la nuance ferritique J05 par rapport à d'autres nuances ODS de la littérature. D'un point de vue de la composition chimique tout d'abord, la nuance J05 est un représentant des aciers ODS à teneur en chrome intermédiaire, c'est-à-dire entre 12% et 14% de chrome. Ce taux de chrome permet d'assurer une bonne résistance à la corrosion tout en limitant le risque de fragilisation par vieillissement thermique.

### Des similitudes de microstructure

Les nuances les plus proches de la nuance J05 sont les aciers MA957, 14YWT et 12YWT. Leur composition chimique est rappelée dans le tableau 2.2. Le MA957 ne fait pas partie de la *dernière génération* d'aciers ODS. Il reste cependant une référence puisqu'il a été largement caractérisé. Il se distingue par la présence de molybdène, contrairement aux autres nuances qui l'ont remplacé par du tungstène. Il a également une teneur en titane plus élevée. Les données concernant la taille des grains et la distribution des nano-renforts au sein de ces quatre nuances sont présentées dans le tableau 2.3. Toutes contiennent des nano-particules dont le diamètre moyen est de l'ordre de 2 nm. Les fractions volumiques associées sont comprises entre 0,3 et 1,0%. La nuance 12YWT a été extrudée à chaud mais elle a par la suite été laminée pour obtenir une plaque. La différence de taille de grains et de densité de dislocations que l'on constate par rapport aux trois autres aciers est probablement liée à ce traitement thermo-mécanique. La température de consolidation marque une différence majeure entre ces différents matériaux. Son influence se répercute principalement sur la taille des grains à l'état final. La nuance 14YWT, extrudée à seulement 850°C, a une taille de grain inférieure à celle des nuances MA957 et J05.

Nuance	Fe	Cr	W	Mo	Ti	Y <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Si	Ni	Mn	Ex. O	C
J05	bal.	13,65	1,17	< 0,01	0,30	0,33	0,27	0,16	0,33	< 0,01	0,04
14YWT	bal.	14,24	1,95	< 0,01	0,22	0,16	0,03	0,22	0,17	0,07	0,04
MA957	bal.	13,7	-	0,30	0,98	0,36	0,04	0,13	0,09	0,13	0,03
12YWT	bal.	12,58	2,44	0,02	0,35	0,20	0,18	0,27	0,60	0,12	0,05

Tableau 2.2 – Composition effective des nuances J05, 14YWT, MA957 et 12YWT élaborées par extrusion à chaud. [Klueh *et al.*, 2005b, Miller *et al.*, 2006, Olier *et al.*, 2011]

La figure 2.7a permet à la fois de comparer les limites d'élasticité des nuances J05, MA957 et 14YWT à température ambiante et d'illustrer l'influence de la température d'extrusion. Elle est issue du travail de thèse de Couvrat [Couvrat, 2011]. La courbe en pointillés décrit l'évolution de la limite d'élasticité de quatre matériaux Fe-18Cr-1W-0,3Ti-0,3Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> en fonction de la température à laquelle ces nuances ont été consolidées. Il s'agit en réalité d'une seule et même nuance de poudre qui a été consolidée à différentes températures. La voie de fabrication est précisément la même que celle utilisée pour l'élaboration du J05, mise à part la teneur en chrome (et la température d'extrusion). La conclusion principale est la suivante : plus la température d'extrusion est basse, plus la limite d'élasticité du matériau consolidé est élevée. Cette relation, établie pour la nuance Fe-18Cr, est respectée de façon quasi-parfaite par les nuances 14YWT, J05 et MA957.

Nuance	$T_{extr}$ (°C)	$l \times L$	$\rho$ (m <sup>-2</sup> )	$\bar{d}$ (nm)	densité (m <sup>-3</sup> )	$f_v$
J05	1100	600 nm $\times$ 1,2 $\mu$ m	$1 \cdot 10^{14}$	2,3	$5 \cdot 10^{22}$	0,3 %
14YWT	850	200 nm $\times$ 500 nm	$3 \cdot 10^{13}$	$\sim 2$	$1-7 \cdot 10^{23}$	-
MA957	1065	400 nm $\times$ 1,2 $\mu$ m	$3 \cdot 10^{13}$	2,1	$4 \cdot 10^{23}$	1,0 %
12YWT	1150	1 $\mu$ m $\times$ 5-20 $\mu$ m	$10^{15}-10^{16}$	2,0	$1-2 \cdot 10^{24}$	0,4 %

Tableau 2.3 – Température d’extrusion  $T_{extr}$ , taille des grains (largeur  $l$  et longueur  $L$ ), densité de dislocations  $\rho$  et distribution des particules (diamètre moyen  $d$ , densité et fraction volumique  $f_v$ ) de quatre aciers ODS ferritiques. Données de la littérature obtenues par MET, DNPA et SAT. [Kim *et al.*, 2003, Miller *et al.*, 2003, Couvrat, 2011]

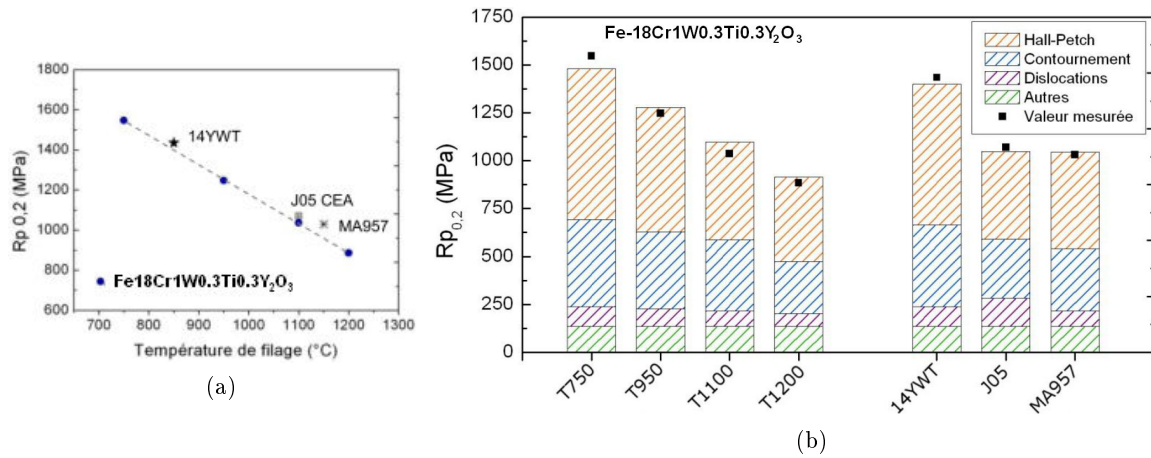


FIGURE 2.7 – Comparaison des limites d’élasticité à température ambiante des nuances J05, MA957 et 14YWT. (a) influence de la température de filage et (b) évaluation empirique des différentes contributions au durcissement. D’après [Couvrat, 2011].

La figure 2.7b indique que c'est principalement la réduction de la taille des grains qui explique les différences observées sur la limite d'élasticité. Cette figure est tracée à partir d'un modèle empirique de détermination de la limite d'élasticité à température ambiante basé sur les mécanismes de renforcement présentés dans le chapitre précédent (section 1.5.1). D'après ce modèle [Couvrat, 2011], la principale composante du durcissement à température ambiante est la contribution de Hall-Petch. C'est elle qui marque la différence observée entre le 14YWT d'une part et les nuances J05 et MA957 d'autre part.

## 2.4 Cartographies EBSD et texture locale

La méthode de diffraction des électrons rétro-diffusés (EBSD) permet d'analyser la texture cristallographique du matériau à l'échelle de seulement quelques dizaines à quelques milliers de grains. Ce type d'analyse permet par exemple d'identifier individuellement les grains d'une surface donnée et de déterminer l'orientation cristallographique moyenne de chacun de ces grains. Chaque cartographie effectuée permet ainsi de définir une liste contenant autant d'orientations cristallographiques que de grains identifiés. Bien que l'information au sujet de l'hétérogénéité de la taille des grains soit perdue, cette liste peut être utilisée pour recalculer une figure de pôles *locale*.

La figure 2.8 permet de comparer 4 textures *locales* (issues de 4 cartographies EBSD distinctes) à la texture globale issue des mesures par DRX. Les textures mesurées sont représentées à partir de coupes radiales des figures de densité de pôles  $\{110\}$  (cf. annexe C). La figure 2.8a montre que les mesures EBSD décrivent également une texture de fibre  $\{110\}$  très marquée. Elle présente un pic central (à  $\chi = 0^\circ$ ) et un second pic à  $\chi = 60^\circ$ <sup>a</sup>. L'acuité de la texture cristallographique est telle qu'une cartographie EBSD effectuée sur une surface de  $30\ \mu\text{m} \times 30\ \mu\text{m}$  (cartographies *EBSDb*, *EBSDc* et *EBSDd*) est représentative des orientations cristallographiques de l'ensemble du matériau.

La figure 2.8b décrit la densité de pôles  $\{110\}$  cumulée. Elle permet de mettre plus finement en évidence les écarts entre les différentes mesures de texture effectuées. Les cartographies *EBSDb*, *EBSDc* et *EBSDd* correspondent à une surface de mesure identique et conduisent au même résultat. Ces trois cartographies ont été effectuées selon un même rayon de la barre, à des distances respectives de 0, 5,25 et 7,5 mm de son centre (voir figure 2.8c). Elles révèlent qu'aucun gradient de texture n'est observé dans cette direction. Par ailleurs, la texture issue de la cartographie *EBSDa*, qui correspond à une surface de mesure bien plus étendue ( $58\ \mu\text{m} \times 136\ \mu\text{m}$ ) est légèrement plus marquée que les trois autres. Cette cartographie a été effectuée avec un pas de mesure deux fois supérieur à celui des autres cartographies (150 nm contre 70 nm). Les plus petits grains sont donc moins bien indexés, et donc proportionnellement moins nombreux. L'observation d'une texture plus prononcée alors que certains des grains, les plus petits, ne sont pas pris en compte (car non identifiés) va dans le même sens que les observations de Kasada [Kasada *et al.*, 2011] et Cayron [Cayron *et al.*, 2012] qui relèvent que les plus petits grains ont tendance à avoir une orientation cristallographique aléatoire, alors que les plus gros grains sont fortement texturés.

---

a.  $\chi$  est l'angle entre une direction  $[110]$  donnée et la normale à l'échantillon. Voir l'annexe C.

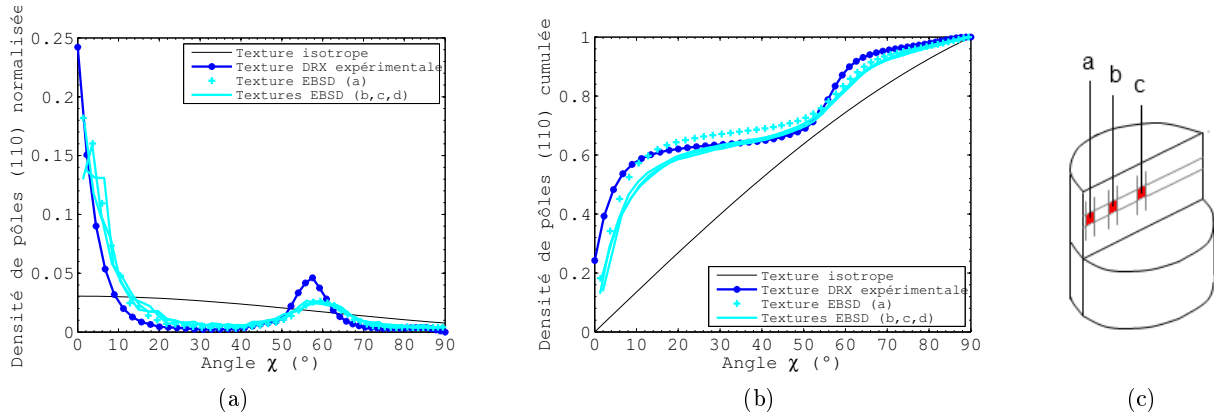


FIGURE 2.8 – Comparaison des textures de fibre  $\langle 110 \rangle$  issues des données DRX et EBSD. Densités de pôles normalisées (a) et cumulées (b). Les cartographies EBSD a, b, c et d contiennent respectivement 5673, 1033, 779 et 921 grains. Critère de désorientation :  $\theta = 5^\circ$ . (c) schéma indiquant le positionnement des cartographies EBSD a, b et c.

## 2.5 Dépendance de la taille de grains vis-à-vis de la désorientation intergranulaire

En estimant la taille des grains sur la base de clichés MET, un facteur de forme moyen d'environ 2,5 a été mesuré. Cela représente près de cinq fois moins que le rapport de déformation géométrique imposé au cours du filage. Il est donc probable qu'il y ait eu fragmentation des grains par formation de sous-joints de flexion du fait d'une restauration dynamique au cours de la consolidation. Dans le cas où leur désorientation est très faible, la présence de tels sous-joints peut conduire à une sous-estimation de la taille de grains évaluée par MET.

Grâce aux cartographies EBSD réalisées sur une section longitudinale de la nuance ODS 14Cr (cf. figure 2.8c), il est possible d'étudier l'évolution de la morphologie moyenne des grains en fonction d'un critère de désorientation intergranulaire. Les données brutes issues des mesures EBSD correspondent à la donnée d'un triplet d'angles d'Euler pour chaque pixel de l'image représentant la zone cartographiée, ce qui correspond à la donnée de l'orientation cristallographique de chaque pixel. Le dépouillement des données recueillies consiste à définir la position des joints de grains en utilisant un critère de désorientation entre pixels voisins. Il est alors possible d'observer l'évolution de la microstructure en fonction de cette désorientation intergranulaire notée  $\theta$ . Ceci est illustré par la figure 2.9.

### Pondération uniforme

À partir de cartographies des joints de grains telles que celles présentées dans la figure 2.9, il est possible d'étudier précisément la morphologie des grains. La taille de grains a été étudiée par la méthode des intercepts. La figure 2.10c illustre cette méthode qui consiste à mesurer la longueur de segments horizontaux ou verticaux définis par l'intersection d'une droite avec deux



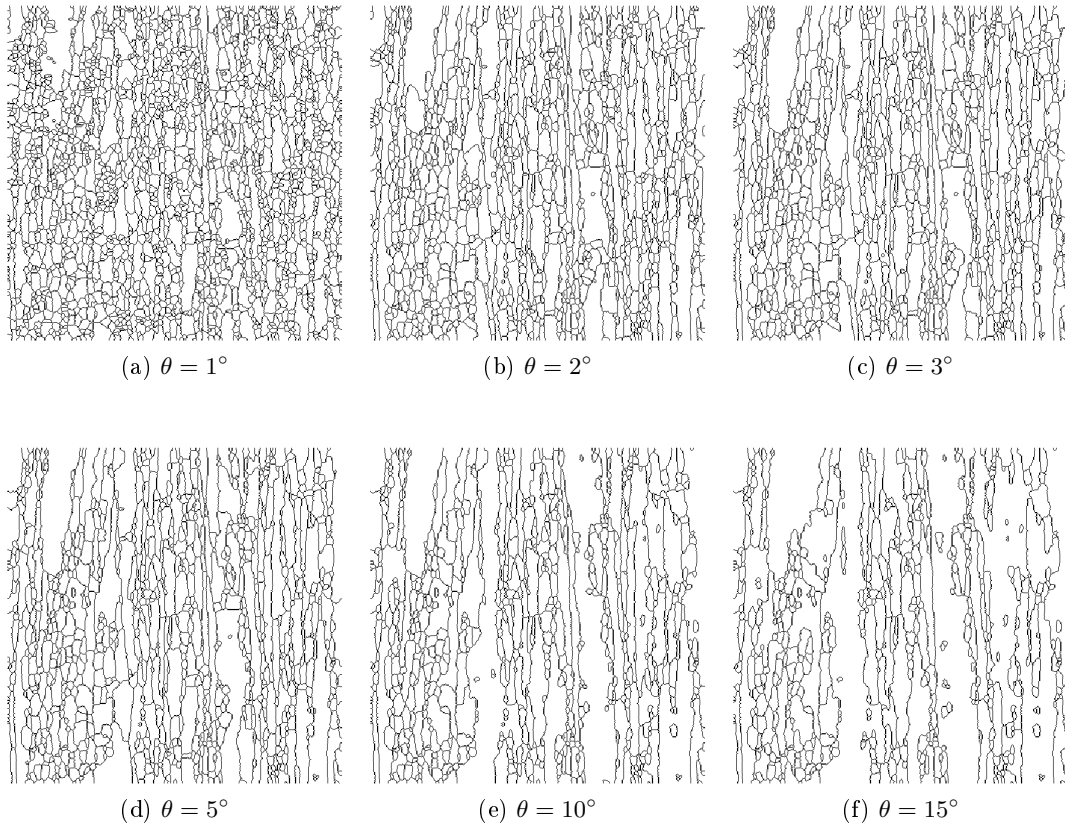


FIGURE 2.9 – Évolution de la microstructure en fonction de la désorientation intergranulaire. La zone cartographiée est de  $30\text{ }\mu\text{m} \times 30\text{ }\mu\text{m}$ .

joints de grains successifs. L'évolution de la taille moyenne des grains en fonction du critère de désorientation a ainsi été déterminée pour les quatre cartographies décrites précédemment <sup>a</sup>, mais également pour la réunion des trois plus petites (soit une surface de 2 700  $\mu\text{m}^2$ ), ainsi que pour l'ensemble des données (soit 10 600  $\mu\text{m}^2$ ). La taille moyenne  $\bar{L}$  est ici définie par pondération uniforme des longueurs des intercepts.

$$\bar{L} = \sum_{\{i\}} l(i) \times \frac{1}{N_{tot}} \quad \text{avec } l(i) \text{ la longueur du } i^{\text{ème}} \text{ intercept et } N_{tot} = \sum_{\{i\}} i = \#\{i\}$$

Les résultats obtenus sont présentés dans la figure 2.10, qui décrit l'évolution des tailles moyennes (largeur et longueur) des grains en fonction du critère de désorientation  $\theta$ , celui-ci variant de  $1^\circ$  à  $30^\circ$ . On peut noter immédiatement une légère différence (d'environ 200 nm) entre les valeurs moyennes des différentes cartographies EBSD. À l'image de l'effet observé sur la mesure de texture locale évoquée au paragraphe 2.4, le pas de résolution plus élevé de la cartographie la plus étendue (environ 7900  $\mu\text{m}^2$ ) rend plus difficile la détection des plus petits grains, ce qui conduit à une estimation des tailles moyennes supérieure à celles issues des autres cartographies. À l'inverse, un effet de bord — nécessairement plus important pour les cartographies les plus petites — aura tendance à conduire à une sous-estimation des valeurs moyennes obtenues sur de petites surfaces. Quelle que soit la taille de la zone étudiée, on observe une augmentation de la

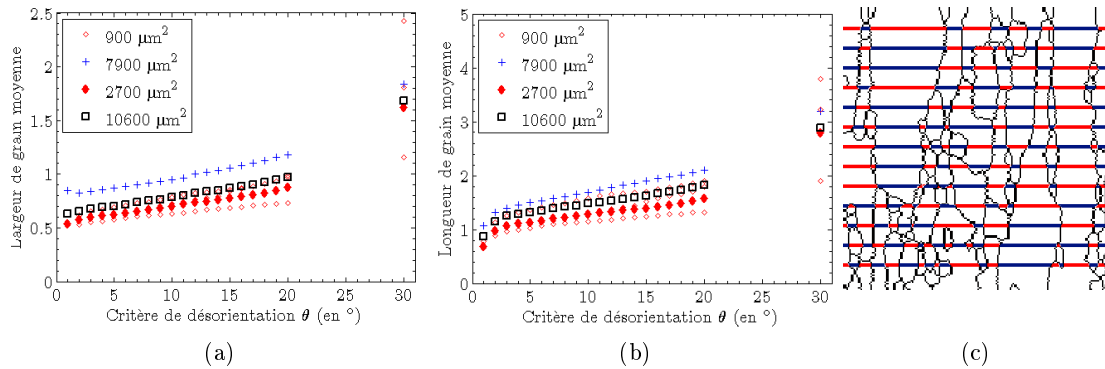


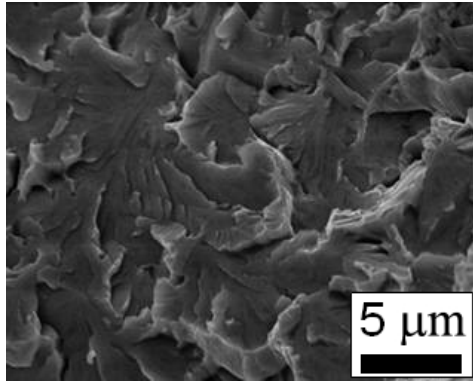
FIGURE 2.10 – Évolution des largeur (a) et longueur (b) moyennes des grains exprimées en  $\mu\text{m}$  en fonction du critère de désorientation pour les différentes zones cartographiées. (c) Illustration de la méthode des intercepts. Un changement de couleur indique la rencontre d'un joint de grains.

largeur moyenne et de la longueur moyenne en fonction du critère de désorientation : plus  $\theta$  est élevé, plus les grains sont en moyenne larges et longs. Si on s'intéresse aux valeurs déterminées sur l'ensemble des données disponibles (carrés noirs), on retrouve pour une très faible désorientation ( $1^\circ$ ) une largeur moyenne d'environ 600 nm et une longueur moyenne d'environ 900 nm. Ces valeurs sont du même ordre de grandeur que celles mesurées grâce aux images MET. Leur

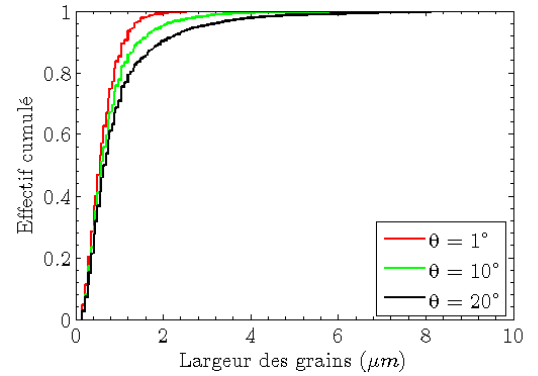
a. 3 cartographies de  $30 \mu\text{m} \times 30 \mu\text{m} = 900 \mu\text{m}^2$  et 1 cartographie de  $58 \mu\text{m} \times 136 \mu\text{m} = 7888 \mu\text{m}^2$ .

évolution avec le critère de désorientation est modérée, puisqu’une taille moyenne de 750 nm par 1,5  $\mu\text{m}$  est obtenue pour  $\theta = 10^\circ$ , et une taille de 1  $\mu\text{m}$  par 1,8  $\mu\text{m}$  pour  $\theta = 20^\circ$ . Au-delà de cette valeur de  $\theta = 20^\circ$  — qui correspond déjà à une forte désorientation — le grossissement apparent de la microstructure est fortement accéléré.

La figure 2.11a montre le faciès de rupture d’une éprouvette de résilience. La surface représentée est perpendiculaire à la direction d’extrusion du matériau. Des facettes de clivage sont visibles. Leur largeur dépasse facilement 3  $\mu\text{m}$  et atteint même 5  $\mu\text{m}$ . D’après la figure 2.11b, qui décrit la distribution des largeurs de grains pour l’ensemble des données EBSD recueillies, aucun grain (0%) ne mesure plus de 3  $\mu\text{m}$  de large pour  $\theta = 1^\circ$ . Cette proportion atteint seulement 2% pour  $\theta = 10^\circ$  et 6% pour  $\theta = 20^\circ$ . Ces résultats sont clairement en contradiction avec la micrographie de la figure 2.11a sur laquelle plusieurs facettes larges sont visibles. Cette comparaison remet en cause l’utilisation d’une pondération uniforme des longueurs d’intercepts pour rendre compte de la microstructure du matériau.



(a)



(b)

FIGURE 2.11 – (a) Faciès de rupture d’une éprouvette mini-Charpy rompue à  $-130^\circ\text{C}$ . Nuance J05 [Rouffié *et al.*, 2012]. (b) Effectifs cumulés des largeurs de grains pour différentes valeurs du critère de désorientation  $\theta$  (ensemble des données EBSD).

### Pondération surfacique

L’utilisation d’une pondération surfacique des tailles de grains consiste à donner à chaque grain un poids proportionnel à sa surface [Berger *et al.*, 2011]. Dans le cadre de la méthode des intercepts, cela revient non plus à étudier la simple probabilité  $P(L \leq l)$  que la taille  $L$  d’un grain soit inférieure à une valeur  $l$  donnée, telle que définie par l’équation 2.1, mais à lui préférer la notion de fraction surfacique cumulée. Cette dernière, définie par l’équation 2.2, correspond à la fraction surfacique que représente l’ensemble des grains dont la taille est inférieure à une valeur

$l$  donnée.  $L_{tot} = \sum_{\{i\}} l(i)$  représente la longueur totale des intercepts.

$$P(L \leq l) = \frac{\#\{i | l(i) \leq l\}}{\#\{i\}} = \sum_{\{i | l(i) \leq l\}} \frac{1}{N_{tot}} \quad (2.1)$$

$$f_s(\{i | l(i) \leq l\}) = \frac{\sum_{\{i | l(i) \leq l\}} l(i)}{\sum_{\{j\}} l(j)} = \sum_{\{i | l(i) \leq l\}} \frac{l(i)}{L_{tot}} \quad (2.2)$$

Dans le cas d'une pondération surfacique, la taille moyenne  $\bar{L}_s$  est définie de la manière suivante :

$$\bar{L}_s = \sum_{\{i\}} l(i) * \frac{l(i)}{L_{tot}} \quad \text{avec } l(i) \text{ la longueur du } i^{\text{ème}} \text{ intercept et } L_{tot} = \sum_{\{i\}} l(i)$$

Les figures 2.12a et 2.12b permettent de connaître la fraction surfacique des grains dont la largeur (ou la longueur) est inférieure à une valeur donnée. Ainsi on peut voir que les grains dont la largeur est inférieure à 3  $\mu\text{m}$  représentent 100% de la surface du matériau lorsqu'un critère de désorientation intergranulaire de  $1^\circ$  est imposé. Ce résultat est bien évidemment cohérent avec ce qui a été vu précédemment, à savoir que pour un tel critère aucun grain ne mesure plus de 3  $\mu\text{m}$  de large. En revanche, ces grains de plus de 3  $\mu\text{m}$  de large représentent près de 10% de la surface du matériau pour un critère de  $10^\circ$  (alors qu'ils ne représentent que 2% du nombre total de grains). Ils représentent environ 20% de la surface du matériau pour un critère de  $20^\circ$  (alors qu'ils ne représentent que 6% du nombre total de grains).

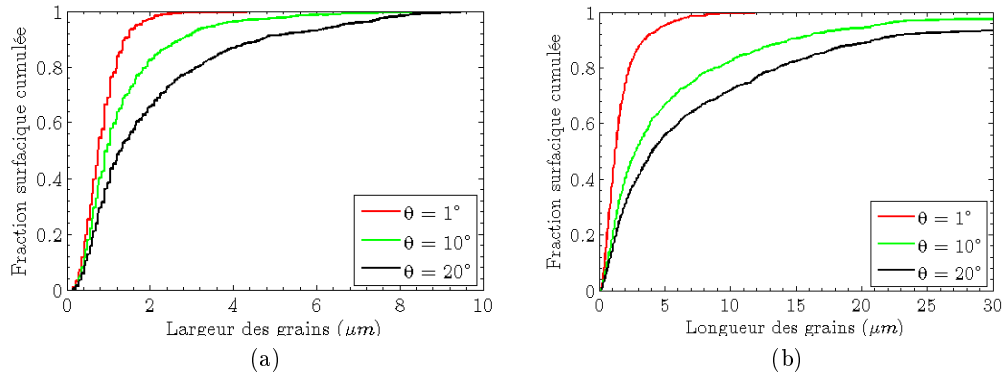


FIGURE 2.12 – Fractions surfaciques cumulées en fonction de la largeur (a) et de la longueur (b) des grains (ensemble des données EBSD).

Les figures 2.13a et 2.13b décrivent pour leur part l'évolution de la taille moyenne pondérée  $\bar{L}_s$ . Pour un critère de désorientation sévère ( $1^\circ$ ), le grain moyen est long d'environ 1,5  $\mu\text{m}$  et large de 850 nm. Ces valeurs sont du même ordre de grandeur que celles définies avec une moyenne simple.

De plus, comme attendu, la taille moyenne augmente avec le critère de désorientation. Cette augmentation est cependant bien plus marquée que dans le cas d'une pondération uniforme. Pour  $\theta = 10^\circ$ , le grain fait en moyenne  $1,3 \mu\text{m}$  de large pour près de  $6 \mu\text{m}$  de long, ce qui correspond à un facteur de forme supérieur à 4. Il apparaît donc que plus le critère de désorientation intergranulaire augmente, plus les grains s'allongent. La figure 2.14 montre que ceci est principalement vrai pour une désorientation intergranulaire inférieure à  $5^\circ$ . En outre, cela indique vraisemblablement l'existence de sous-joints de flexion perpendiculaires à la direction d'extrusion créés au cours de la consolidation à chaud. Lorsque  $\theta$  augmente au-delà de cette valeur, le rapport de forme moyen croît beaucoup moins vite et sature à une valeur comprise entre 4 et 5 : une augmentation supplémentaire de  $\theta$  conduit alors à un grossissement isotrope du grain moyen.

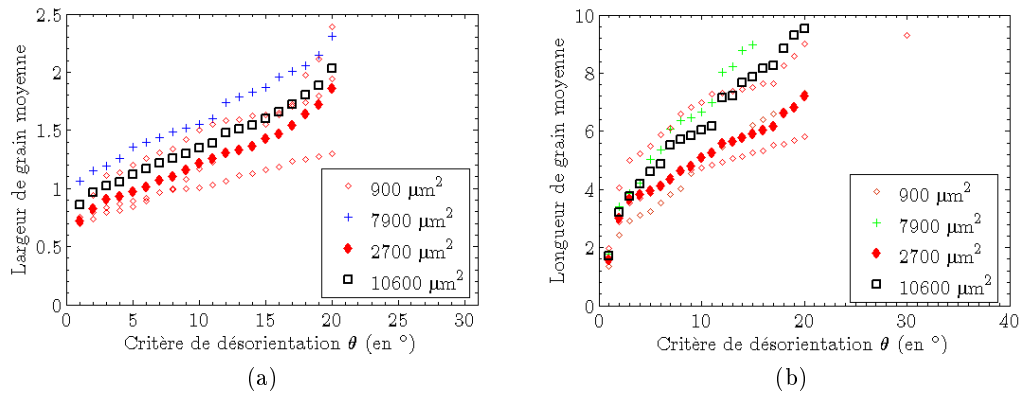


FIGURE 2.13 – Taille moyenne pondérée en fonction du critère de désorientation pour les différentes cartographies EBSD effectuées.

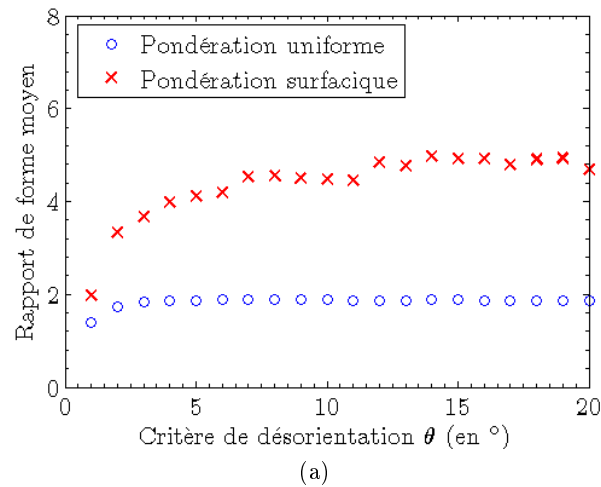


FIGURE 2.14 – Evolution du rapport de forme moyen en fonction du critère de désorientation

## 2.6 Conclusion

Ce deuxième chapitre a permis de présenter en détail la nuance J05 sur laquelle ont été menés les essais mécaniques présentés dans la suite de ce mémoire. Élaborée par extrusion à chaud, cette nuance ferritique présente une texture cristallographique  $\{110\}$  très prononcée. Elle possède également des grains allongés dans la direction d'extrusion. D'après les observations MET, leur taille moyenne est de  $1,2 \mu\text{m}$  par  $500 \text{ nm}$ . Mesurée à partir de cartographies EBSD en retenant un critère de désorientation de  $10^\circ$  (et une pondération uniforme), la taille moyenne des grains devient  $1,5 \mu\text{m}$  par  $750 \text{ nm}$ . La comparaison de la microstructure avec d'autres nuances d'aciers renforcés par dispersion d'oxydes montre de nombreuses similitudes, notamment en termes de densité de dislocations et de diamètre des nano-renforts. L'étude de la nuance J05 s'avère donc *a priori* pertinente pour mieux comprendre les relations entre microstructure et propriétés mécaniques des nuances ODS ferritiques en général.



## Chapitre 3

# Caractérisation du comportement mécanique longitudinal de la barre ODS

### Sommaire

---

<b>3.1</b>	<b>Traction</b>	<b>92</b>
3.1.1	Influence de la température	92
3.1.2	Influence de la vitesse de sollicitation	94
3.1.3	Bilan	96
<b>3.2</b>	<b>Fluage</b>	<b>97</b>
3.2.1	Allongement à rupture	97
3.2.2	Durée de vie	101
3.2.3	Vitesse minimale de déformation	101
3.2.4	Bilan	105
<b>3.3</b>	<b>Fatigue</b>	<b>106</b>
3.3.1	Comportement cyclique	106
3.3.2	Analyse des boucles de fatigue	109
<b>3.4</b>	<b>Autres caractérisations en fluage</b>	<b>111</b>
3.4.1	Essais de fluage à sauts de contrainte	111
3.4.2	Essai de fatigue-fluage	112
3.4.3	Essai de fluage alterné en traction / compression	113
<b>3.5</b>	<b>Relaxation</b>	<b>116</b>
<b>3.6</b>	<b>Étude de l'endommagement</b>	<b>117</b>
3.6.1	Observation des faciès de rupture	117
3.6.2	Observation de l'endommagement en volume	120
<b>3.7</b>	<b>Conclusion</b>	<b>123</b>

---



Les propriétés mécaniques générales des aciers ODS ont été évoquées dans le premier chapitre de ce mémoire. Le deuxième chapitre s'est intéressé à la caractérisation microstructurale de la nuance J05. Ce troisième chapitre présente les résultats des caractérisations mécaniques réalisées sur cette nuance. Les campagnes d'essais mécaniques ont été définies en prenant en compte une contrainte importante, à savoir une quantité de matière disponible très limitée en regard de l'ensemble des caractérisations mécaniques envisagées. Des éprouvettes de petites tailles ont donc été préférentiellement employées. Elles sont présentées dans l'annexe D. Des caractérisations en traction et en fluage permettent tout d'abord d'évaluer le matériau en regard des autres nuances de la littérature. Elles permettent d'établir la relation entre niveau de contrainte et vitesse de déformation et également d'étudier l'endommagement du matériau. D'autres essais permettent de compléter la base des caractérisations mécaniques. Il s'agit d'essais de fatigue, de fatigue-fluage, de fluage à sauts de contrainte et de relaxation. Seules les propriétés longitudinales sont abordées dans ce chapitre. La caractérisation de l'anisotropie de comportement du matériau est rapportée dans le cinquième chapitre.

### 3.1 Traction

Cette section présente les résultats des essais de traction longitudinale effectués sur la nuance J05 Fe-14Cr-1W-0,26Ti-0,3Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>. Sauf indication contraire, les courbes de traction présentées dans ce mémoire décrivent l'évolution de la contrainte rationnelle en fonction de la déformation conventionnelle. Les définitions de ces grandeurs sont rappelées ci-dessous.  $L_0$ ,  $L$ ,  $S_0$ ,  $S$  définissent la géométrie de la longueur utile de l'éprouvette (longueur initiale, longueur courante, section initiale, section courante).

$$\varepsilon = \varepsilon_{conv} = \int_{L_0}^L \frac{dl}{L_0} = \frac{L - L_0}{L_0} \quad \sigma = \sigma_{rat} = \frac{F}{S} = \frac{F}{S_0} (1 + \varepsilon_{conv}) \quad (3.1)$$

Bien que le traitement en contrainte rationnelle ne soit plus valable après apparition de la striction, ces courbes sont tracées jusqu'à la rupture afin de visualiser l'allongement total des éprouvettes. L'évolution du module d'Young avec la température, obtenue par mesure de résonance par ultrasons [Leblond *et al.*, 2008], a été utilisée afin de s'affranchir de la déformation élastique de la ligne d'amarrage de la machine de traction. L'annexe D présente les différentes géométries d'éprouvettes utilisées. Elle compare les résultats obtenus avec ces différentes géométries et donne un aperçu de la bonne reproductibilité des essais.

#### 3.1.1 Influence de la température

La figure 3.1a présente une partie des courbes de traction obtenues entre 20°C et 750°C. La figure 3.1b décrit quant à elle l'évolution en fonction de la température des grandeurs caractéristiques correspondantes, que sont la limite d'élasticité  $R_{p0,2\%}$ , la résistance maximale  $R_m$  et l'allongement à rupture  $A_t$ . À température ambiante, la résistance du matériau est supérieure à 1 GPa. Naturellement celle-ci décroît lorsque la température augmente. La limite d'élasticité résiduelle à 650°C est d'environ 470 MPa. Cette diminution de la résistance mécanique avec la température n'est pas linéaire. Elle est modérée entre 20°C et 400°C et devient plus prononcée

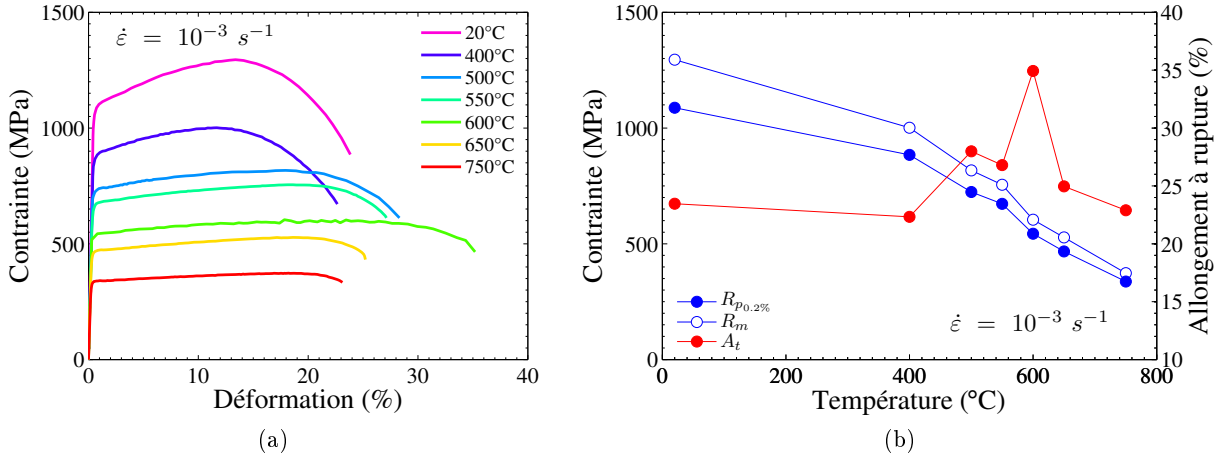


FIGURE 3.1 – Propriétés longitudinales de traction à  $\dot{\epsilon} = 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ . (a) Courbes de traction pour différentes températures et (b) évolution de la limite d'élasticité  $R_{p0.2\%}$ , de la résistance maximale  $R_m$  et de l'allongement à rupture  $A_t$  en fonction de la température.

au-delà de 400°C. La capacité d'écrouissage du matériau, définie par  $(R_{p0.2\%} - R_m) / R_{p0.2\%}$ , reste limitée sur l'ensemble de la plage de températures explorée. Elle est de l'ordre de 15–20% à 20°C et atteint seulement 10–12% à 750°C. À la vitesse de sollicitation  $\dot{\epsilon} = 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ , le matériau présente une ductilité supérieure à 20% sur l'ensemble de la plage de températures explorée. Un pic de ductilité est par ailleurs observé vers 600°C.

La figure 3.2 permet de comparer les propriétés de la nuance J05 à d'autres nuances nano-renforcées de la littérature. Il en ressort que la limite d'élasticité de l'acier étudié se situe à un niveau intermédiaire parmi les autres nuances ODS (figure 3.2a). La résistance légèrement inférieure de la nuance ODS Eurofer est probablement liée à la taille moyenne des nano-renforts dans ce matériau, de l'ordre de 12 nm. En effet, les renforts des autres nuances ont une taille moyenne de l'ordre de 2 nm. Cette différence peut s'expliquer par l'absence de titane dans la composition de l'ODS Eurofer. Les limites d'élasticité élevées des nuances 12YWT et 14YWT peuvent vraisemblablement être attribuées à l'étape de laminage subie après la consolidation (cas de la nuance 12YWT) et à la faible taille de grain (cas de la nuance 14YWT, consolidée à plus basse température). La ductilité de ces différentes nuances évolue peu entre la température ambiante et 400°C et augmente au-delà (figure 3.2b). Selon la nuance, à partir de 400°C, l'allongement à rupture peut alors (i) soit continuer à augmenter avec la température, (ii) soit se stabiliser et présenter un plateau ou (iii) diminuer à plus haute température et présenter ainsi un pic de ductilité. Les nuances J05 et 12YWT sont les deux seules à présenter clairement un pic de ductilité en dessous de 800°C.

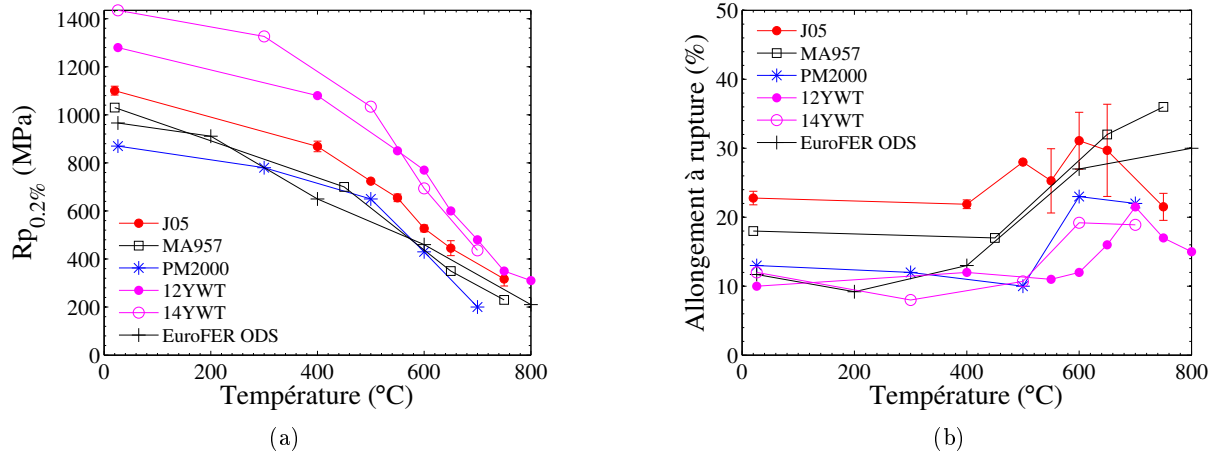


FIGURE 3.2 – Évolution de la limite d'élasticité (a) et de l'allongement à rupture (b) de différentes nuances ODS en fonction de la température pour  $\dot{\epsilon} \sim 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ .

### 3.1.2 Influence de la vitesse de sollicitation

Des essais de traction ont également été réalisés à des vitesses de déformation de  $10^{-4} \text{ s}^{-1}$  et  $10^{-5} \text{ s}^{-1}$ . Ils mettent en évidence la sensibilité de la résistance mécanique et de la ductilité du matériau vis-à-vis de la vitesse de sollicitation.

Les figures 3.3a et 3.3b révèlent une sensibilité positive à la vitesse de déformation, à savoir une limite d'élasticité qui diminue lorsque la vitesse de sollicitation diminue. Il en est d'ailleurs de même en ce qui concerne la résistance maximale. Cet effet de vitesse tend à s'atténuer aux très faibles vitesses de déformation, indiquant que l'on se rapproche d'un comportement plastique indépendant du temps. Il est généralement décrit par l'exposant  $m$  de sensibilité de la contrainte à la vitesse de déformation, défini par  $m = \frac{\partial \ln \sigma}{\partial \ln \dot{\epsilon}}$ . Les essais réalisés conduisent à des valeurs comprises entre 0,005 et 0,05. Des valeurs inférieures à 0,15 sont rapportées dans la littérature pour les nuances d'acier ODS MA956 [Luton, 1986, Wasilkowska *et al.*, 2003], 14YWT, PM2000 et ODS Eurofer [Kim *et al.*, 2012a].

La figure 3.4a montre l'évolution de cette sensibilité  $m$  en fonction de la température. L'écart en contrainte observé sur deux courbes de traction obtenues à la même température mais à deux vitesses de sollicitation différentes est maximal entre 550°C et 600°C. Cela correspond à un maximum de la sensibilité  $m$ . De manière générale, la valeur de  $m$  est liée à la capacité d'un matériau à résister à l'apparition d'une striction localisée [François *et al.*, 1993, Sabirov *et al.*, 2009]. Elle est donc directement liée à la ductilité du matériau en traction. Une valeur de  $m$  élevée (au-dessus de 0,3 ou 0,5) caractérise ainsi les matériaux *superplastiques*, c'est-à-dire capables de subir une déformation plastique très importante, pouvant atteindre plusieurs centaines de pour cent.

La figure 3.4b présente la dépendance de la limite d'élasticité de la nuance ODS MA956 Fe-20Cr-5Al-0,5Ti-0,5Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> en fonction de la vitesse de déformation imposée en traction pour des températures comprises entre 1050°C et 1200°C [Luton, 1986]. Ce graphique montre que pour

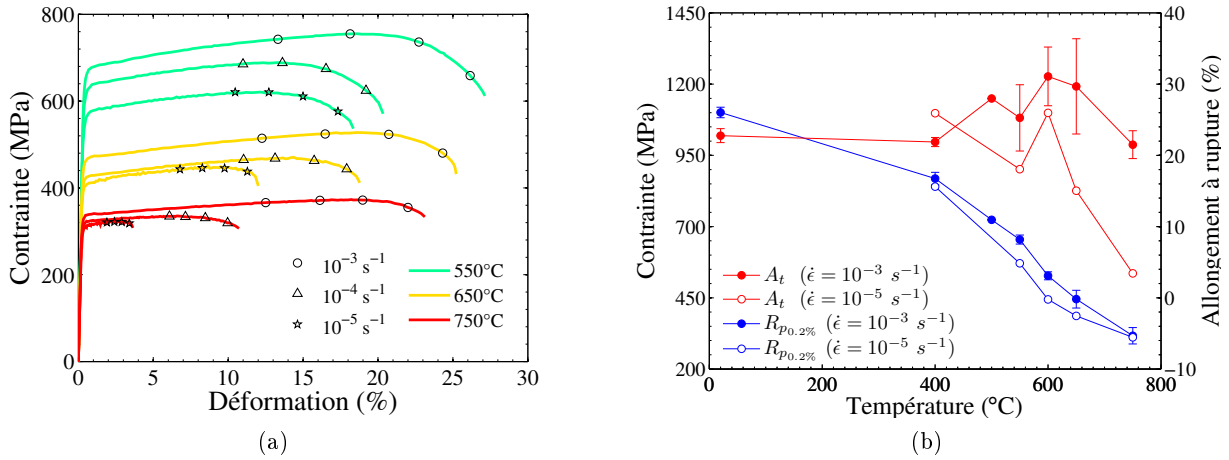


FIGURE 3.3 – Influence de la vitesse de sollicitation (a) sur le comportement en traction à 550°C, 650°C et 750°C et (b) sur l'évolution de la limite d'élasticité et de la ductilité en fonction de la température

chaque température, il existe un domaine de vitesse de déformation correspondant à un maximum de sensibilité à la vitesse de déformation, c'est-à-dire un maximum de la pente  $m$ . Les essais menés dans le domaine  $(\dot{\epsilon}, T)$  dans lequel cette sensibilité est maximale conduisent à des déformations à rupture supérieures à 50%, et atteignant 125%. Le comportement du MA956 dans ce domaine de température et de vitesse de déformation peut donc être qualifié de superplastique. À l'inverse, les valeurs de la ductilité rapportées ici pour la nuance J05 restent inférieures à 35%. Il n'y a donc pas de comportement superplastique dans le domaine de températures et de vitesses de déformation exploré. Les valeurs de la sensibilité  $m$  correspondante sont d'ailleurs faibles (comprises entre 0,005 et 0,05). En revanche,  $m$  atteint sa valeur maximale précisément à la température de 600°C, qui est la température à laquelle un pic de ductilité est observé. Le lien entre sensibilité à la vitesse de déformation et ductilité est ainsi retrouvé. Par ailleurs, un pic semblable de sensibilité à la vitesse de déformation a été identifié sur la nuance MA956 entre 600°C et 700°C, à partir d'essais de traction [Salomon, 1993] et de relaxation [Bartsch *et al.*, 1999]. Il s'avère également corrélé à un pic de ductilité [Salomon, 1993]. Bien que l'effet de la sensibilité à la vitesse de sollicitation sur la ductilité du matériau soit ainsi établie, ce constat n'indique aucunement quels sont les mécanismes de déformation en œuvre au sein du matériau. Il ne rend pas non plus compte de la chute de ductilité observée à plus haute température.

Outre la résistance mécanique du matériau, sa ductilité est également affectée par le niveau de vitesse de déformation imposée. Une augmentation de cette dernière se traduit par une augmentation de l'allongement à rupture du matériau, comme le montrent les figures 3.3a et 3.3b. À l'inverse, la chute de ductilité observée au-delà de 600°C à une vitesse de déformation de  $10^{-3} \text{ s}^{-1}$  est encore plus prononcée à plus basse vitesse de sollicitation. L'allongement à rupture du matériau est ainsi fortement réduit dans le cas d'une sollicitation à haute température et faible vitesse de déformation. Cette dépendance de la ductilité du matériau vis-à-vis de la température sera

également observée en fluage (cf. section 3.2).

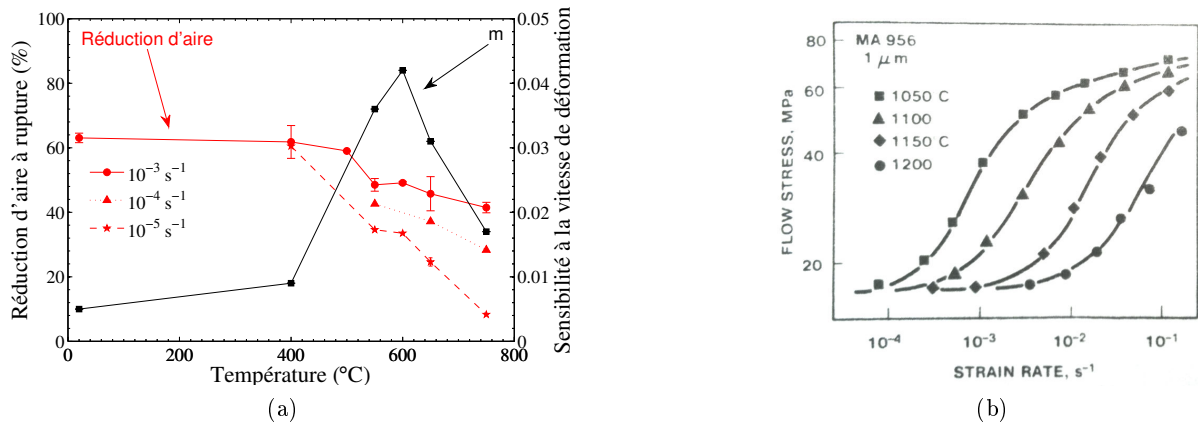


FIGURE 3.4 – (a) Évolution du coefficient de réduction d’aire à rupture de la nuance J05 en fonction de la température. (b) Effet de vitesse sur la limite d’élasticité de la nuance MA956 entre 1050°C et 1200°C [Luton, 1986].

La figure 3.4a décrit également l’évolution, en fonction de la température et de la vitesse de déformation, du coefficient de striction  $Z = (S_0 - S) / S_0$  qui caractérise la réduction de la section de l’éprouvette<sup>a</sup>. Pour une sollicitation à  $\dot{\epsilon} = 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ , la striction est relativement prononcée à basse température ( $Z = 60\%$ ). Au-delà de 400°C, elle est de moins en moins prononcée à mesure que la température augmente. Une réduction de section de 40% par rapport à la section initiale est ainsi mesurée à 750°C. En dessous de 400°C, une diminution de la vitesse de sollicitation n’a aucun impact sur le coefficient de striction alors qu’au-delà, en revanche, l’effet observé à  $\dot{\epsilon} = 10^{-3} \text{ s}^{-1}$  est amplifié. Plus la température est élevée et plus la vitesse de sollicitation est faible, moins la réduction de section de l’éprouvette au cours de l’essai est marquée. La diminution de ductilité observée dans ces conditions – haute température, faible vitesse de déformation – s’accompagne donc d’une diminution de la striction. On peut cependant noter qu’aucun pic n’est mesuré vers 600°C en termes de striction, contrairement à ce qui est observé sur la ductilité du matériau. Une analyse de l’endommagement du matériau via l’observation des éprouvettes rompues permet de mieux comprendre la perte de ductilité observée à haute température. Cette étude de l’endommagement du matériau est présentée dans la section 3.6.

### 3.1.3 Bilan

La caractérisation en traction longitudinale de la nuance ODS J05 a ainsi permis de mettre en évidence le rôle important que joue la vitesse de sollicitation pour des températures supérieures à 400°C. D’une part, une augmentation de la vitesse de déformation induit un durcissement du matériau : augmentation de la limite d’élasticité et de la résistance maximale. D’autre part, une

a. La détermination des coefficients de striction a été effectuée à partir de mesure *post-mortem* des dimensions des éprouvettes par analyse d’image. Voir section 5.1.3.

telle augmentation réduit de manière importante l'allongement à rupture du matériau. Cette diminution de la ductilité, qui s'accompagne d'une diminution de la striction, est d'autant plus prononcée que la température est élevée. Ceci suggère que des phénomènes diffusifs sont vraisemblablement à l'origine de ces observations. Un autre effet de la température est par ailleurs noté. Il s'agit d'un pic de sensibilité à la vitesse de déformation à 600°C, qui se traduit par un pic de ductilité à cette même température.

## 3.2 Fluage

La réalisation d'essais de fluage permet d'explorer le domaine des faibles vitesses de déformation et des hautes températures. Cette section décrit les résultats des essais de fluage réalisés sous air sur des éprouvettes prélevées dans la direction longitudinale de la barre ODS J05. Il s'agit d'essais de fluage à charge constante réalisés entre 650°C et 900°C pour des niveaux de contrainte compris entre 100 MPa et 400 MPa. Les essais à 650°C, 700°C et 750°C ont été réalisés sur les machines de fluage du SRMA<sup>a</sup>. Les essais à 800°C et 900°C ont été réalisés par Jean-Marie Gentzbittel sur un dispositif de fluage à haute température au CEA/DRT/LCTA à Grenoble.

### 3.2.1 Allongement à rupture

Les courbes de fluage présentées dans le premier chapitre (figure 1.14) indiquent que le comportement en fluage des aciers ODS est caractérisé par une quasi-absence de fluage tertiaire ainsi que par une faible déformation à rupture. Ceci a pu être constaté sur la nuance J05 pour une très large gamme de contrainte. Ce n'est que pour des contraintes très élevées, et donc pour des temps à rupture très courts, qu'un fluage tertiaire est observé<sup>b</sup>.

Les figures 3.5a et 3.5b présentent deux courbes de fluage obtenues à 650°C sous des contraintes de 370 MPa et 400 MPa. Ces niveaux de contrainte correspondent respectivement à 91% et 99% de la limite d'élasticité à cette température<sup>c</sup>. Les figures 3.5c et 3.5d présentent pour chaque essai l'évolution de la vitesse de déformation en fonction de la déformation de l'éprouvette.

La courbe de fluage à 400 MPa est une courbe de fluage classique. Elle présente une (courte) phase de fluage *primaire* pendant laquelle la vitesse de déformation diminue et atteint une valeur minimale sur l'ensemble de l'essai. Cette vitesse minimale est atteinte pour une déformation de l'ordre de 1%. Débute alors un stade de fluage à vitesse de déformation constante. Il s'agit du fluage *secondaire*. Après un peu plus d'une heure d'essai, la déformation a atteint environ 5%, et la vitesse de déformation augmente alors de manière progressive jusqu'à la rupture de l'éprouvette. Cette dernière phase de fluage est le fluage *tertiaire*. Bien que classique, cette courbe de fluage n'est observée sur la nuance J05 qu'à très forte contrainte.

---

a. En termes de durée de vie comme en termes d'allongement à rupture, les résultats obtenus démontrent une bonne reproductibilité des essais. Seules les déformations de fluage *primaire* pour des niveaux de contrainte supérieurs à 350 MPa sont assez fortement dispersées.

b. Les essais de fluage ayant été réalisés à force constante, et non à contrainte constante, la diminution de section de l'éprouvette qui accompagne l'allongement de celle-ci implique une augmentation de la contrainte pouvant expliquer l'apparition d'un *pseudo* fluage tertiaire pour un allongement de fluage de plusieurs pour cent.

c.  $R_{p0,2\%} = 405 \text{ MPa}$  à 650°C pour une vitesse de déformation imposée de  $10^{-5} \text{ s}^{-1}$ .

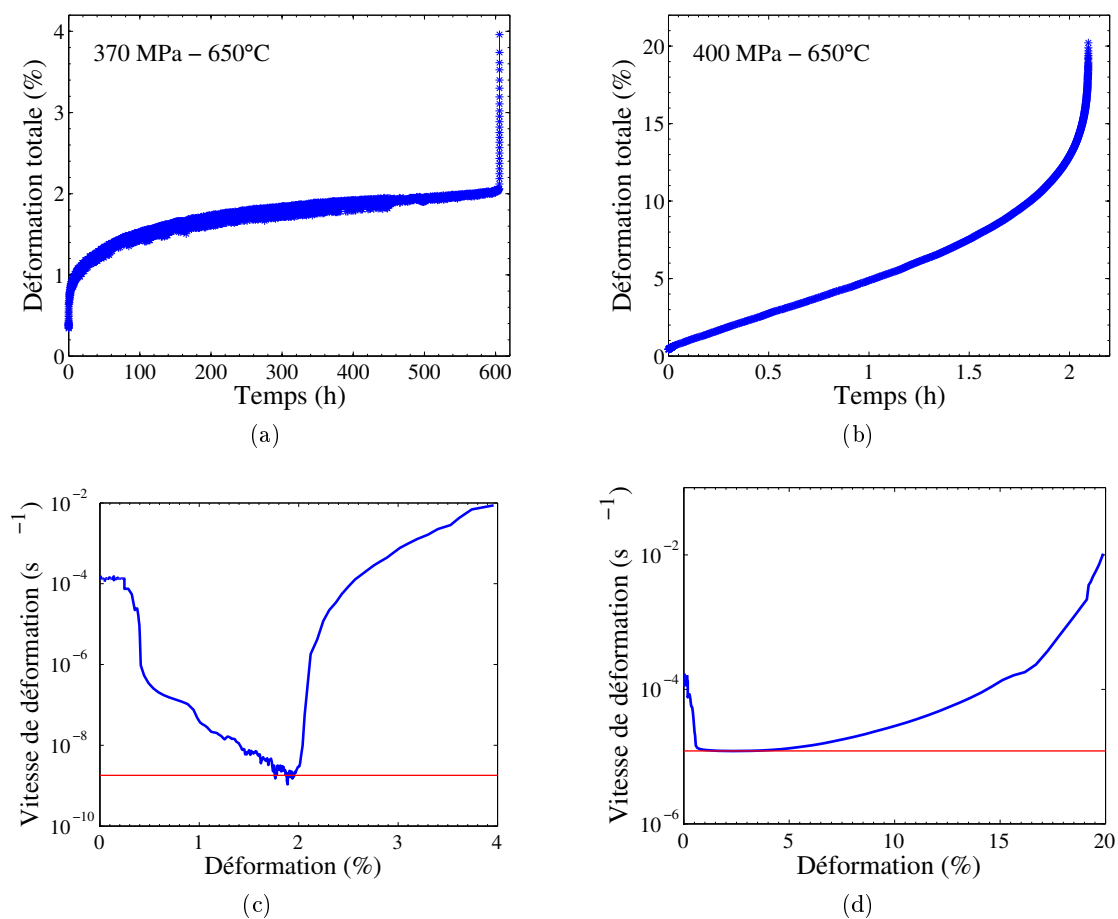


FIGURE 3.5 – Courbes de fluage à 650°C et (a) 370 MPa et (b) 400 MPa. (c,d) évolutions  $\dot{\epsilon} = f(\epsilon)$  associées. La vitesse de fluage minimale est indiquée par le trait fin rouge.

La courbe de fluage à 370 MPa et l'évolution de la vitesse de déformation associée sont tout à fait représentatives du comportement en fluage de la nuance J05. En premier lieu, il n'y a pas d'accélération progressive de la vitesse de déformation en fin d'essai, et donc pas de fluage tertiaire visible. La rupture de l'éprouvette se déclenche de manière soudaine, sans qu'il soit possible de l'anticiper. L'augmentation brutale de la vitesse de déformation marque le début de la phase de rupture. Cette phase est très courte dans le temps et s'étend de quelques secondes à quelques dizaines de secondes tout au plus selon les essais. Au cours de cette phase de rupture, la déformation de l'éprouvette augmente de manière significative, mais probablement de manière très localisée. Il est en effet vraisemblable de supposer que le début de cette phase de rupture correspond à la propagation soudaine d'une fissure. Lorsque cette propagation est totale, elle conduit à la rupture instantanée de l'éprouvette. Lorsqu'elle ne l'est pas, elle conduit à une réduction importante – mais pas totale – de la section de l'éprouvette. La section de matière supportant la charge est alors fortement réduite, ce qui conduit très rapidement à la rupture finale de l'éprouvette (en moins de quelques dizaines de secondes). En plus de cette absence de fluage tertiaire, la figure 3.5c indique qu'avant la phase de rupture de l'éprouvette, la vitesse de déformation du matériau ne fait que diminuer. Elle ne présente pas de plateau et il est donc délicat de définir une phase de fluage secondaire.

La figure 3.6 insiste sur le fait que la rupture de l'éprouvette sollicitée à 650°C et 400 MPa n'est pas représentative des résultats obtenus. Cette figure décrit l'évolution de la déformation à rupture en fonction de la vitesse de déformation minimale de fluage, pour différentes températures d'essai. La déformation à rupture retenue pour les essais présentant une rupture brutale, mais pas tout à fait instantanée, est la déformation en tout début de la phase de rupture. La seule éprouvette de fluage de la nuance J05 ayant eu une déformation à rupture supérieure à 5% est l'éprouvette sollicitée à 650°C et 400 MPa, qui a atteint 20% de déformation. Il s'agit de l'unique essai pour lequel un fluage tertiaire est identifiable.

L'évolution de la déformation à rupture des éprouvettes de traction est également reportée sur la figure 3.6, en fonction de la vitesse de déformation imposée en cours d'essai. Les faibles niveaux de déformation à rupture mesurés sur les éprouvettes de fluage apparaissent ainsi en cohérence complète avec la diminution de la ductilité constatée en traction aux basses vitesses de sollicitation. À haute température, en traction comme en fluage, plus la déformation du matériau est lente, plus sa ductilité est donc réduite. Pour une même vitesse de déformation, la ductilité apparaît d'autant plus réduite que la température est élevée. La figure 3.6 peut être retracée en normalisant la vitesse de déformation par le coefficient de diffusion en volume du fer, qui dépend lui-même de la température via l'énergie d'auto-diffusion du fer. Les données se rapprochent d'une courbe maîtresse qui caractériserait une équivalence entre les variables *temps* et *température* en termes de ductilité de la nuance J05.

L'évolution de la déformation à rupture en fluage des nuances MA957 [Wilshire et Lieu, 2004] et ODS Eurofer [Filacchioni, 2007] est également présentée dans la figure 3.6. Les mêmes tendances sont observées sur ces deux matériaux au-delà de 600°C, à savoir, une ductilité qui diminue d'une part avec une augmentation de la température et d'autre part avec la diminution de la vitesse de déformation.



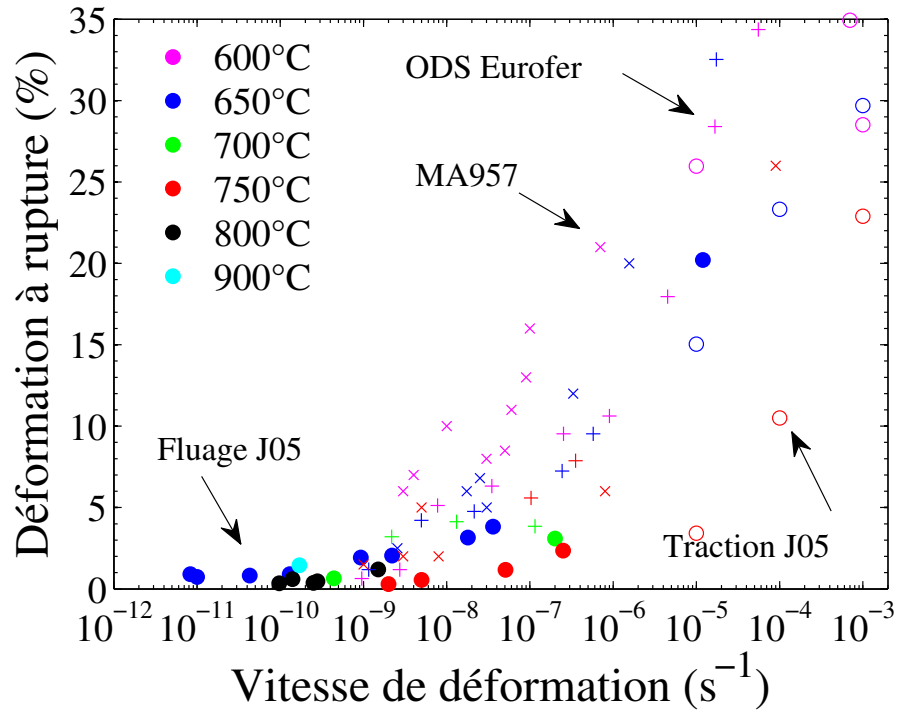


FIGURE 3.6 – Évolution de la déformation à rupture en fonction de la vitesse de déformation en fluage (symboles pleins) et en traction (symboles vides) de la nuance J05 pour différentes température d'essais. Des données de fluage concernant les nuances MA957 et ODS Eurofer sont également rapportées [Wilshire et Lieu, 2004, Filacchioni, 2007].

### 3.2.2 Durée de vie

La figure 3.7a permet d'avoir une vue d'ensemble des essais de fluage réalisés. Elle présente la relation observée entre la durée de vie des différentes éprouvettes et le niveau de contrainte imposé en fluage. Le critère de dimensionnement japonais – 120 MPa à 700°C pendant 10000 h – s'avère largement respecté. La durée de vie d'une des meilleures nuances martensitiques développées par les équipes japonaises est également rapportée. Elle correspond à la sollicitation d'une gaine en pression interne (cf. figure 1.12). Les propriétés en fluage longitudinal de la nuance J05 apparaissent certes nettement supérieures, mais cela ne présage en rien de la durée de vie d'une éprouvette testée en pression interne. En revanche, le comportement en fluage à 650°C de la nuance J05 est meilleur que celui de la nuance MA957, et nettement meilleur que celui de la nuance ODS Eurofer. La durée de vie en fluage longitudinal de cette dernière nuance s'avère plus faible que la durée de vie en pression interne de la nuance japonaise.

La figure 3.7b présente la relation entre la vitesse minimale de déformation en fluage et le temps à rupture pour l'ensemble des données de fluage obtenues. Elle permet d'observer si le matériau vérifie la loi de Monkman-Grant (équation 3.2), avec un exposant  $\alpha$  proche de 1 [Monkman et Grant, 1956].

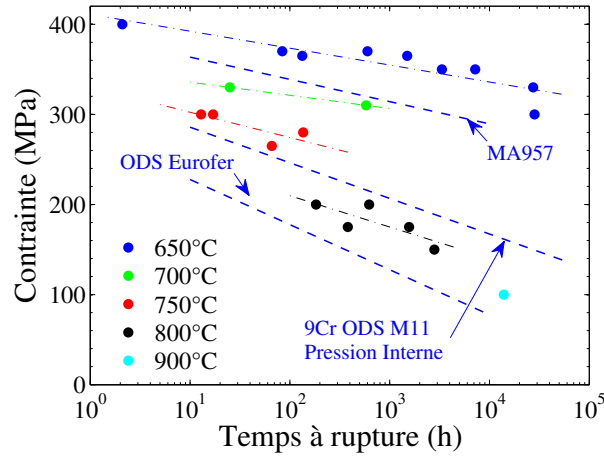
$$\dot{\epsilon}^\alpha t_r = \text{constante} \quad (3.2)$$

Un exposant  $\alpha$  de 0,77 permet de réunir au mieux l'ensemble des données pour des températures comprises entre 600°C et 900°C. L'utilisation de cette relation afin de prévoir la durée de vie des éprouvettes en fluage reste cependant approximative puisqu'une dispersion d'un ordre de grandeur est constatée sur la durée de vie. La pente de  $-0,77$  déterminée s'avère tout à fait similaire à celles identifiées pour le MA957 et l'Eurofer ODS, respectivement de  $-0,80$  et  $-0,72$ . Pour une vitesse de déformation en fluage donnée, la durée de vie de la nuance J05 est inférieure à celle des deux autres nuances présentées dans la figure 3.7b.

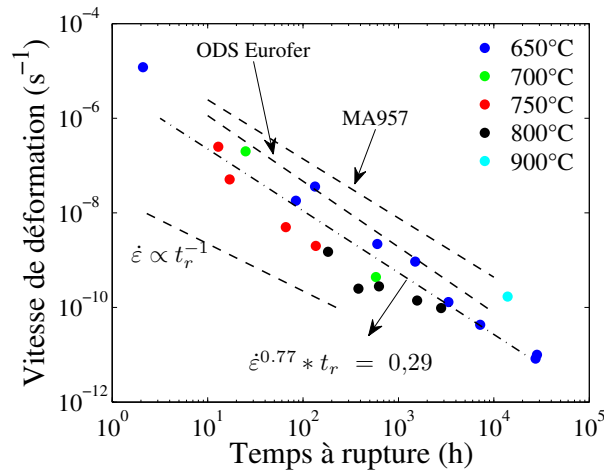
### 3.2.3 Vitesse minimale de déformation

La figure 3.8a décrit l'évolution de la vitesse de déformation minimale observée au cours des différents essais de fluage en fonction du niveau de contrainte appliquée. Ce tracé permet notamment d'évaluer l'exposant de contrainte  $n$ . Les valeurs des limites d'élasticité issues des essais de traction sont également représentées (en fonction de la vitesse de déformation imposée). Les données correspondant à la température de 650°C indiquent tout d'abord une continuité des résultats entre essais de traction et essais de fluage. Cela souligne la complémentarité de ces deux types d'essais pour déterminer la relation entre vitesse de déformation et contrainte. La comparaison avec les vitesses de déformation à 650°C associées aux mécanismes diffusionnels de Coble et Nabarro-Herring (cf. équations 1.6 et 1.7) montre que la déformation de la nuance J05 en fluage s'effectue à des vitesses inférieures de plusieurs ordres de grandeur en deçà des prévisions de ces modèles.

Bien qu'il y ait continuité des résultats obtenus à 650°C, une rupture de pente se produit à la vitesse de  $10^{-5} \text{ s}^{-1}$ . Cette rupture de pente indique un probable changement de mécanisme de déformation. La partie principale de la courbe à 650°C est associée à un exposant de contrainte  $n = 76$ . Comme pour d'autres nuances ODS (cf. 1.5.2), cette valeur est très élevée. Bien que



(a)



(b)

FIGURE 3.7 – Résultats de fluage de la nuance J05. Évolution de la déformation à rupture (a) et de la contrainte (b) en fonction du temps à rupture. Les données concernant les nuances M11, MA957 et ODS Eurofer correspondent à une température de 650°C dans (a) et à des températures comprises entre 600°C et 750°C dans (b).

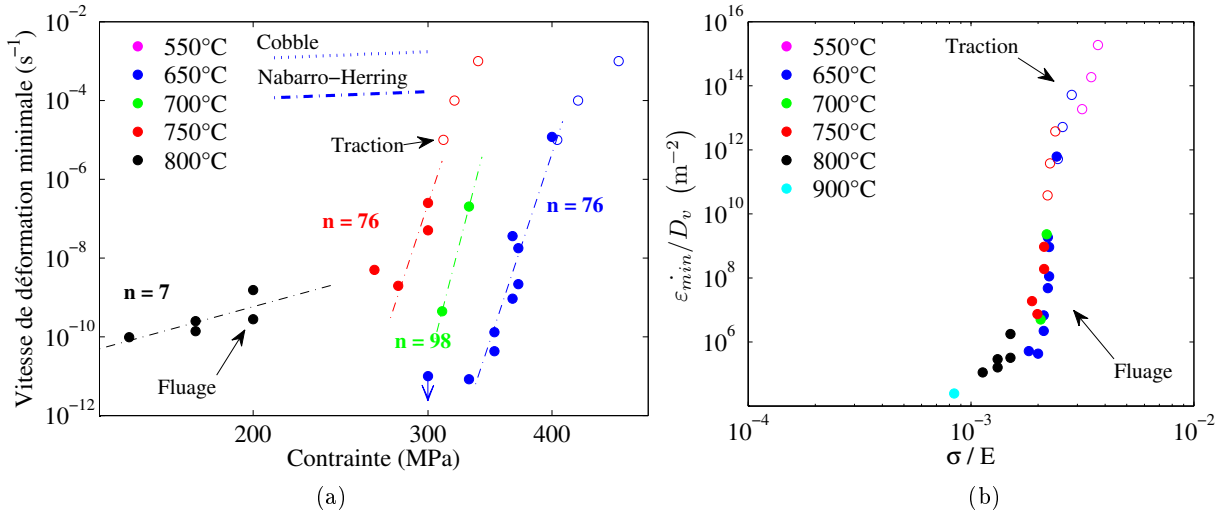


FIGURE 3.8 – Évolution de la vitesse minimale de fluage en fonction de la contrainte. (a) Données de fluage (symboles pleins) et de traction (symboles vides) de la nuance J05. Les prévisions des modèles de fluage diffusionnels sont également indiquées. Pour chaque température, l'évolution de la vitesse minimale de fluage normalisée par le coefficient de diffusion en volume  $D_v$  est tracée en fonction de la contrainte normalisée par le module d'Young du matériau dans (b).

l'essai de fluage à 650°C pour un niveau de contrainte de 300 MPa soit toujours en cours, il paraît peu probable que sa vitesse de déformation diminue d'un facteur 100 et vienne se positionner dans l'alignement des données recueillies entre 330 MPa et 400 MPa. Il est donc possible qu'une seconde rupture de pente intervienne à 650°C à la vitesse de  $10^{-11} \text{ s}^{-1}$ . À 750°C, la continuité entre données de fluage et données de traction est également retrouvée, toujours avec un exposant  $n$  élevé. Une valeur supérieure d'environ 30%,  $n = 98$ , est par ailleurs identifiée à partir des deux essais de fluage conduits à 700°C. Ces résultats sont en accord avec ceux obtenus par Wilshire et Lieu sur le MA957 [Wilshire et Lieu, 2004]. Ces auteurs ont en effet identifié un exposant de Norton élevé ( $n = 40$ ) et constant sur une plage de températures comprises entre 600°C et 700°C. Les essais conduits à 800°C par JM Gentzbitel sur la nuance J05 mènent en revanche à un exposant de contrainte bien plus faible :  $n = 7$ . Cette différence importante semble indiquer une fois de plus qu'il existe une seconde rupture de pente, c'est-à-dire un changement de mécanisme de déformation aux très basses contraintes.

La figure 3.8b conduit également à cette conclusion. Elle reprend les données de la figure 3.8a<sup>a</sup> en s'affranchissant de la dépendance à la température. Ceci est réalisé en normalisant la vitesse de déformation par le coefficient de diffusion en volume et le niveau de contrainte par le module d'Young du matériau. Le coefficient de diffusion utilisé correspond au coefficient de diffusion d'atomes de fer  $^{59}\text{Fe}$  mesuré par Ray et Sharma dans un réseau de fer contenant 15,22% massique de chrome [Ray et Sharma, 1968]. Ce coefficient de diffusion  $D_v = D_0 \exp(-E_a/kT)$  est

a. auxquelles s'ajoutent les données de fluage à 900°C et de traction à 550°C.

associé à une énergie d'activation  $E_a = 226,4$  kJ/mol. Il résulte de cette normalisation que toutes les données se regroupent selon une même courbe. Wilshire et Lieu ont effectué une constatation similaire à propos du comportement en fluage de la nuance ODS MA957, toutes les données de fluage s'alignant sur une même droite [Wilshire et Lieu, 2004]. Selon ces auteurs, cette observation souligne le rôle joué par la diffusion en volume dans le comportement en fluage de la nuance MA957 sur l'ensemble du domaine de contrainte exploré. Les données de la figure 3.8b forment une courbe sigmoïdale : elles sont alignées selon trois segments de droite, et non un seul. Selon Rosler *et al.*, cette forme en « S » tend à démontrer que trois mécanismes distincts sont successivement à l'œuvre en fonction du niveau de contrainte [Rösler *et al.*, 1992]. C'est la conclusion de leur étude, présentée dans la figure 1.29b, décrivant un mécanisme diffusionnel à basses contraintes, un mécanisme propre aux ODS pour des contraintes intermédiaires et un mode de déformation par mouvement des dislocations semblable à celui de la matrice non-renforcée à plus forte contrainte.

Le paramètre de Larson-Miller, basé sur une équivalence temps-température, est fréquemment employé afin de comparer des résultats de fluage obtenus à différentes températures. Pour un essai de fluage donné, ce paramètre vaut  $LMP_C = T * (C + \log t_r)$  avec,  $t_r$  le temps à rupture,  $T$  la température et  $C$  une constante. La figure 3.9 réunit les données disponibles dans la littérature concernant le comportement en fluage longitudinal de nuances d'aciers ODS ferritiques. Pour

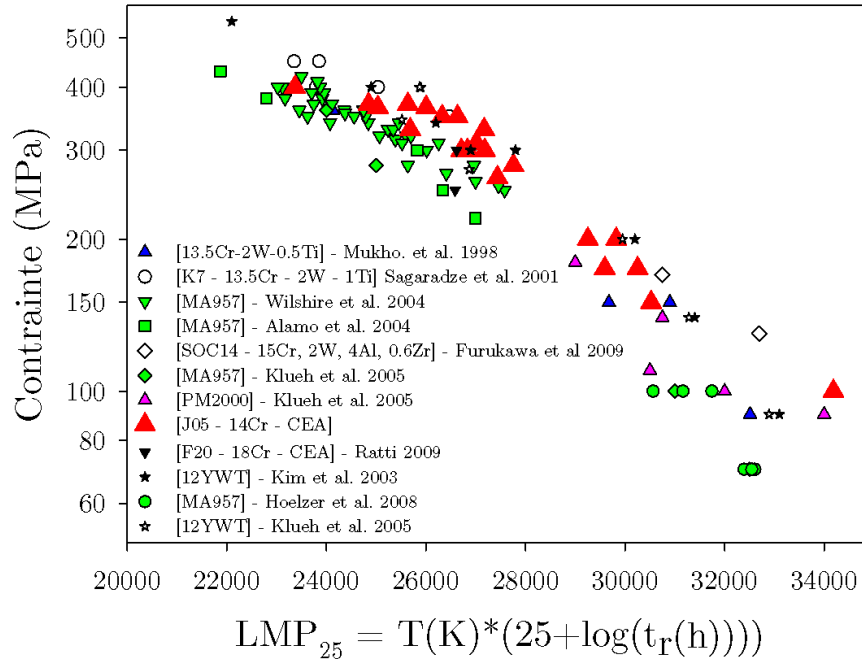


FIGURE 3.9 – Diagramme de Larson-Miller regroupant les données de fluage d'aciers ODS ferritiques disponibles dans la littérature. Les essais de fluage ont été réalisés entre 600°C et 900°C.

un niveau de contrainte donné, plus le paramètre de Larson-Miller est élevé, plus la résistance en fluage du matériau est élevée. Ce diagramme montre en premier lieu que le développement de nuances ODS *de laboratoire* a permis d'améliorer significativement les propriétés de fluage des nuances ODS commerciales MA957 et PM2000. Les deux nuances non commerciales, J05 et 12YWT, sont celles pour lesquelles les données de fluage disponibles sont les plus nombreuses. Ces deux nuances ont des propriétés de fluage qui sont comparables et qui demeurent les plus élevées à ce jour.

### 3.2.4 Bilan

La caractérisation en fluage longitudinal de la nuance J05 a permis de mettre en évidence les points suivants :

- Le comportement en fluage du matériau ne présente pas de fluage tertiaire. La rupture est soudaine, brutale. Les quelques courbes de fluage disponibles dans la littérature conduisent au même constat.
- À haute température, la ductilité du matériau diminue à mesure que la vitesse de déformation diminue. Ceci est vrai aussi bien en sollicitation de traction qu'en sollicitation de fluage. Il a été montré que cette observation est également valable pour d'autres nuances ODS. L'effet de vitesse sur la ductilité du matériau apparaît ainsi comme étant une caractéristique commune aux aciers nano-renforcés.
- Un exposant de Monkman-Grant  $\alpha = 0,77$  permet de réunir les données de fluage obtenues sur le J05. Des exposants très proches caractérisent le comportement en fluage des nuances MA957 (Fe-14Cr) et ODS Eurofer (Fe-9Cr, sans titane). La dispersion autour de cette loi de Monkman-Grant ne permet cependant pas de prévoir avec précision la durée de vie du matériau.
- Un exposant de Norton – ou sensibilité à la contrainte – de l'ordre de 80 est identifié entre 650°C et 750°C. Un exposant similaire est identifié pour d'autres aciers ODS. Le fait que cet exposant soit constant sur toute une plage de températures semble indiquer qu'un même mécanisme de déformation est à l'œuvre.
- Le coefficient de diffusion  $D_v$  des atomes de fer dans un réseau cristallin de fer enrichi de 15 pds% d'atomes de chrome permet de réunir l'ensemble des données de traction et de fluage sur une même courbe maîtresse. Celle-ci représente l'évolution de la vitesse de déformation en fonction de la contrainte, en s'affranchissant de l'effet de la température (en faisant intervenir le coefficient de diffusion  $D_v$  et le module d'Young). L'allure en « S » de cette courbe suggère que différents mécanismes de déformation sont successivement prépondérants selon le niveau de contrainte. Le rôle précis de la diffusion dans chacun de ces mécanismes reste encore à identifier.
- En comparaison avec les autres nuances ferritiques de la littérature, la nuance J05 s'avère être l'une des meilleures en termes de durée de vie en fluage à haute température.

### 3.3 Fatigue

Après avoir étudié le comportement en traction et en fluage de la nuance ODS CEA 14Cr, cette section en présente le comportement cyclique. Celui-ci a été déterminé sur la barre ODS F43, identique à la barre J05<sup>a</sup>. Les résultats expérimentaux présentés ici ont été obtenus par T. Kruml et I. Kuběna à l'Institut de Physique des Matériaux de Brno, en République Tchèque. Cette collaboration s'est déroulée dans le cadre du *European Fusion Development Agreement*. Les résultats sont notamment présentés dans [Kuběna *et al.*, 2012]. Les essais de fatigue ont été réalisés sur des éprouvettes cylindriques de 2 mm de diamètre utile et de 7,6 mm de longueur utile. Ces éprouvettes ont été prélevées parallèlement à la direction d'extrusion. Elles ont été sollicitées à 20°C et 650°C en traction-compression symétrique ( $R_\varepsilon = \varepsilon_{min}/\varepsilon_{max} = -1$ ). Les essais ont été commandés en vitesse de déformation imposée ( $2 \cdot 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ ) pour des amplitudes de déformation  $\varepsilon_a = 0,4\%$  et  $\varepsilon_a = 0,7\%$ , où  $\varepsilon_a = (\varepsilon_{max} - \varepsilon_{min})/2$ .

#### 3.3.1 Comportement cyclique

La figure 3.10a décrit l'évolution des contraintes maximale, minimale et moyenne en fonction du nombre de cycles de fatigue, pour deux essais réalisés à 650°C. Elle montre que la nuance ODS 14Cr développée au CEA ne présente ni adoucissement, ni écrouissage cyclique. Une contrainte moyenne de l'ordre de 20 MPa (soit 5% de l'amplitude de contrainte  $\sigma_a$ ) apparaît après le premier cycle de déformation, mais s'estompe rapidement au cours des cycles suivants pour atteindre une valeur de 10 MPa. Par la suite, la contrainte moyenne n'évolue plus et la variation de l'amplitude de contrainte est inférieure à 10 MPa. La figure 3.10b décrit l'évolution des boucles de fatigue en cours d'essai. Elle montre qu'il n'y a pas non plus d'évolution notable de ces dernières.

L'absence d'adoucissement cyclique à haute température avait été préalablement constatée par Ukai et Ohtsuka sur deux nuances ODS japonaises, l'une martensitique à 9% de chrome, l'autre ferritique à 12% de chrome [Ukai et Ohtsuka, 2007]. Elle est naturellement attribuée à la très grande stabilité de la microstructure des aciers ODS. Cette grande stabilité est elle-même associée à la présence des nano-renforts, qui sont autant de potentiels points d'ancrage des joints et sous-joints, empêchant ainsi l'effet adoucissant lié au grossissement de la microstructure. La figure 3.11 présente deux clichés MET de la nuance ODS 14Cr. Ils illustrent l'absence d'évolution notable de la microstructure avant et après fatigue : ni la taille de grains, ni la densité de dislocations n'évoluent particulièrement [Kruml, 2009].

La figure 3.12a est issue des travaux d'Ukai *et al.* [Ukai et Ohtsuka, 2007]. Elle montre la différence de comportement cyclique observée entre des nuances ODS qui ne s'adoucissent pas et une nuance d'acier martensitique non-ODS qui présente un adoucissement cyclique prononcé. Kuběna *et al.*, qui n'observent pas d'adoucissement de la nuance 14Cr élaborée au CEA, ont en revanche constaté un adoucissement cyclique dans le cas de deux nuances ODS élaborées par compaction isostatique à chaud, l'une martensitique (ODS Eurofer), l'autre ferritique (ODS EPFL) [Kuběna *et al.*, 2012]. Cet adoucissement est observé à température ambiante comme à 650°C, comme l'indiquent les figures 3.12b et 3.12c. Il est d'autant plus prononcé que l'amplitude de déformation imposée est élevée. La seule présence des nano-renforts n'est donc pas suffisante

a. même poudre initiale, même température et rapport de filage, même traitement thermique de revenu...

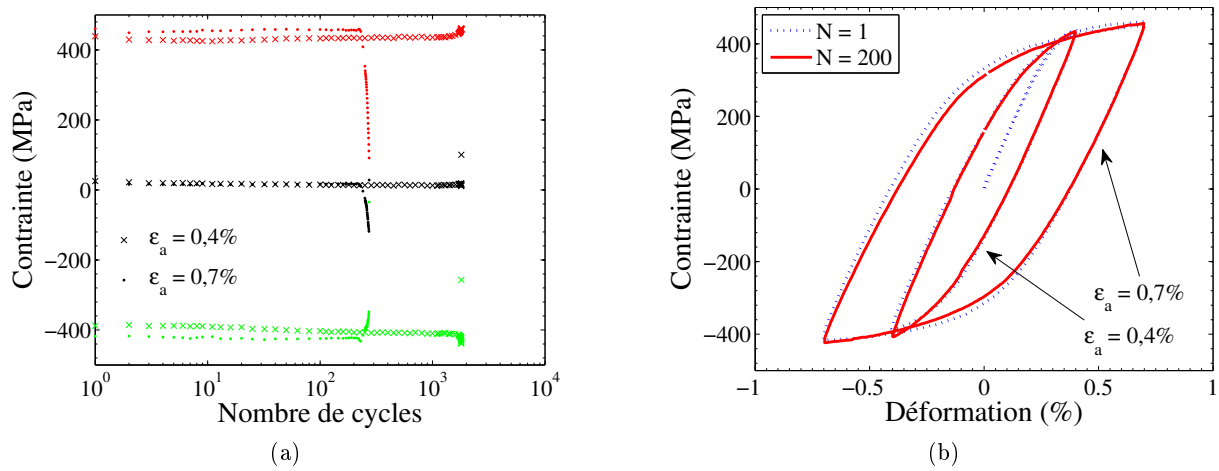


FIGURE 3.10 – Résultats de deux essais de fatigue réalisés sur la nuance 14Cr F43 à 650°C pour des amplitudes de déformation  $\epsilon_a = 0,4\%$  et  $\epsilon_a = 0,7\%$ . (a) évolution des contraintes maximale, moyenne et minimale par cycle en fonction du nombre de cycles. (b) boucles d'hystérésis en fatigue.

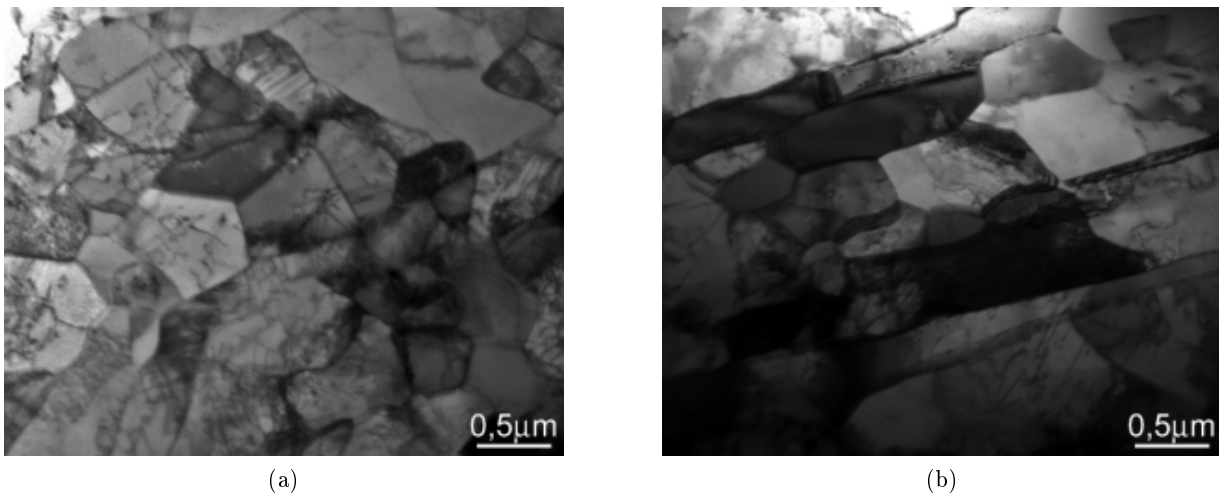


FIGURE 3.11 – Clichés MET présentant la microstructure de la nuance F43 avant (a) et après (b) essai de fatigue à 650°C. Aucune modification de la microstructure n'est constatée [Kruml, 2009].



pour assurer l'absence d'adoucissement cyclique. Il est possible que la différence de comportement constatée entre les nuances 14Cr ODS EPFL et la nuance 14Cr ODS CEA (cf figure 3.12b) soit liée au procédé d'élaboration du matériau et à la nature des joints de grains obtenus. Kuběna *et al.* n'observent cependant pas de différence particulière en ce qui concerne les désorientations des joints de grains pour ces deux nuances. Ces désorientations s'avèrent élevées dans les deux cas, contrairement à la nuance ODS Eurofer dont la structure martensitique comprend de nombreux sous-joints de faible désorientation.

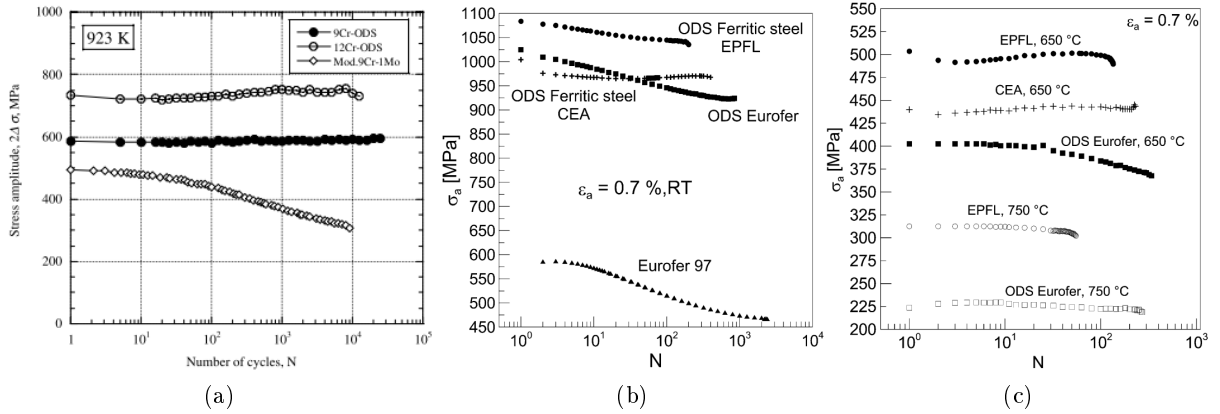


FIGURE 3.12 – Comportement cyclique de nuances ODS ferritiques et martensitiques et de nuances martensitiques non ODS. (a) [Ukai et Ohtsuka, 2007]. (b,c) [Kuběna *et al.*, 2012].

Les deux études évoquées ci-dessus constatent que les nuances nano-renforcées ont une durée de vie en fatigue supérieure aux nuances non renforcées lorsque l'amplitude de déformation totale imposée n'excède pas 1%. Les différents auteurs indiquent que cette propriété est directement liée à la limite d'élasticité élevée des nuances ODS, qui conduit à une amplitude de déformation plastique plus faible pour un essai contrôlé en amplitude de déformation totale. Puisque le nombre de cycles à l'amorçage de fissures est d'autant plus grand que la déformation plastique est faible ( $N_{\text{amorçage}} \propto \varepsilon_p^{-2}$  selon [Tanaka et Mura, 1981]), un plus faible niveau de déformation plastique est synonyme de nombre de cycles avant amorçage de fissures plus élevé. En revanche, pour des amplitudes de déformation plastique équivalentes, la durée de vie des nuances nano-renforcées s'avère plus faible que celle des aciers martensitiques conventionnels. Les résultats obtenus par Kuběna *et al.* [Kuběna *et al.*, 2012] indiquent que la propagation des fissures au sein des nuances ODS est susceptible d'être influencée de manière significative par l'amplitude de contrainte, plutôt que par l'amplitude de déformation. Une propagation rapide du fait de contraintes élevées au sein des nuances nano-renforcées pourrait ainsi expliquer la différence de durée de vie observée pour un même niveau de déformation plastique entre nuances ODS et non-ODS.

### 3.3.2 Analyse des boucles de fatigue

Les essais de fatigue présentés ci-dessus permettent non seulement de conclure sur l'absence d'adoucissement cyclique – en ce qui concerne la nuance ODS 14Cr élaborée au CEA –, mais il permettent également d'évaluer les contributions cinématique, isotrope et visqueuse à la contrainte d'écoulement. Un dépouillement de ces essais <sup>a</sup> à l'aide de la méthode statistique présentée dans [Fournier *et al.*, 2006] a été mené. Cette méthode est basée sur la décomposition des contraintes proposée par Cottrell [Cottrell, 1953, Feaugas, 1999]. Elle permet un repérage robuste de la partie linéaire de chaque phase de déchargement, en traction comme en compression. La détermination des bornes du domaine d'élasticité  $\sigma_e^{max}$  et  $\sigma_e^{min}$  permet de définir la contrainte cinématique  $X$ , la contrainte isotrope  $R$  et la contrainte visqueuse  $\sigma_v$  telles que définies dans la figure 3.13.

$$X = \frac{\sigma_e^{max} + \sigma_e^{min}}{2} \quad (3.3a)$$

$$R = \frac{\sigma_e^{max} - \sigma_e^{min}}{2} \quad (3.3b)$$

$$\sigma_v = \sigma_{max} - R - X \quad (3.3c)$$

$$\sigma = X + R + \sigma_v \quad (3.3d)$$

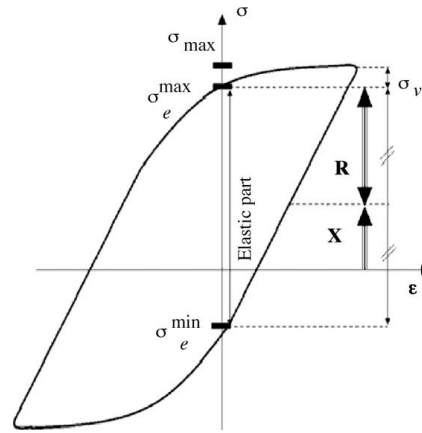


FIGURE 3.13 – Équations et schéma définissant les contributions cinématique  $X$ , isotrope  $R$  et visqueuse  $\sigma_v$  de la contrainte d'écoulement  $\sigma$ .

La détermination effective de la partie linéaire de chaque demi-cycle de déformation s'effectue en désignant *a priori* une partie élastique du cycle. Cette partie élastique initiale est alors étendue sur la base de critères statistiques permettant de repérer un écart à la linéarité [Fournier *et al.*, 2006]. La figure 3.14 illustre cette méthode.

Les résultats obtenus sont présentés dans le tableau 3.1. Les valeurs de chaque contribution ( $X$ ,  $R$ ,  $\sigma_v$ ) à la contrainte  $\sigma$  sont reportées pour trois essais de fatigue, un réalisé à 550°C et deux réalisés à 650°C. Ces résultats démontrent en premier lieu la prépondérance de l'écrouissage cinématique  $X$  sur les contributions isotrope  $R$  et visqueuse  $\sigma_v$  à ces deux températures. Celle-ci représente environ 60% de l'amplitude de contrainte  $\sigma_a$ , contre environ 20% pour chacune des deux autres contributions. Les différents essais de fatigue réalisés à 650°C ne montrent pas d'influence notable du niveau de déformation imposé sur cette répartition des contraintes.

a. auxquels s'ajoute un essai réalisé au CEA à 550°C.

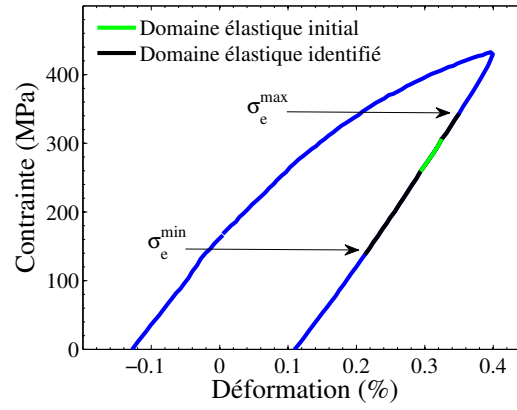


FIGURE 3.14 – Illustration de la méthode d'analyse des boucles de fatigue employée.

T (°C)	$\varepsilon_a$ (%)	$\sigma_a$ (MPa)	X (MPa)	R (MPa)	$\sigma_v$ (MPa)
550	0,7	$577 \pm 12$	$369 \pm 39$	$124 \pm 23$	$84 \pm 18$
650	0,4	$417 \pm 14$	$241 \pm 30$	$83 \pm 24$	$94 \pm 18$
650	0,7	$442 \pm 13$	$262 \pm 10$	$80 \pm 13$	$100 \pm 13$

Tableau 3.1 – Illustration de la partition des contraintes et contributions obtenues pour trois essais de fatigue à 550°C et 650°C sur la nuance ODS 14Cr CEA (F43).

### 3.4 Autres caractérisations en fluage

Cette section décrit les essais de fluage à sauts de contrainte et de fatigue-fluage réalisés sur la nuance ODS 14Cr développée au CEA afin de compléter la caractérisation du comportement mécanique de cette nuance et d'en améliorer la compréhension.

#### 3.4.1 Essais de fluage à sauts de contrainte

Les essais de fatigue présentés précédemment ont mis en évidence l'importance de la contribution cinématique à la contrainte d'écoulement. Suite à ce constat, trois essais de fluage avec un ou plusieurs sauts de contrainte ont été réalisés. L'objectif recherché est la mise en évidence éventuelle des phénomènes d'hésitation au fluage et de fluage négatif. La première phase de chacun de ces essais correspond au lancement d'un essai de fluage à une contrainte  $\sigma_0$  donnée. Au bout d'un certain temps – ou bien lorsqu'une déformation donnée est atteinte – la charge appliquée est modifiée afin de faire diminuer la contrainte supportée par l'éprouvette de  $\sigma_0$  à  $\sigma_1$ . Le phénomène d'hésitation au fluage peut être observé lorsque cette diminution de contrainte est modérée. Il est caractérisé par un arrêt momentané de la déformation viscoplastique, qui redémarre après un certain temps de latence. Il est synonyme de restauration partielle de l'écrouissage du matériau. Le second phénomène, le fluage négatif, caractérise le cas d'une éprouvette soumise à une contrainte de traction (contrainte positive) mais dont la longueur diminue du fait d'une déformation plastique négative. Il se produit lorsque la contrainte  $\sigma_1$  atteinte est positive, tout en étant suffisamment basse pour que le domaine d'élasticité ait été totalement traversé au cours de la décharge. Ceci n'est possible que lorsque l'écrouissage cinématique  $X$  est supérieur à l'écrouissage isotrope  $R$ .

La figure 3.15a présente un essai de fluage à 650°C et 365 MPa dont la charge a été modifiée au bout de 2h30 pour atteindre une contrainte de seulement 30MPa. Une augmentation de 0,05% de la longueur de l'éprouvette est notée au cours des 400h d'essai ayant suivi, alors qu'une diminution du même ordre est notée jusqu'à 1200h de fluage. C'est donc un arrêt du fluage qui semble ainsi mis en évidence, et non un phénomène de fluage négatif. La figure 3.15b décrit quant à elle deux essais pour lesquels les diminutions de charge successives ont été faibles (entre 2% et 6% de la charge). Pour ces deux essais, la contrainte initiale est  $\sigma_0 = 365\text{MPa}$ . On peut tout d'abord noter une différence importante en termes de vitesse de déformation pour les deux phases de fluage à  $\sigma_0$ . Par ailleurs, du fait de la perturbation causée par le changement de charge et de la faiblesse des changements de charge, les décharges élastiques successives ne peuvent pas être repérées par une diminution instantanée de la déformation de l'éprouvette, comme observé sur la figure 3.15a. En revanche, ces décharges influencent très fortement la vitesse de déformation viscoplastique de l'éprouvette. Par ailleurs, après chaque décharge, cette déformation reprend sans qu'aucune période de latence ne soit observée.

Un intérêt supplémentaire des essais de fluage à sauts de contrainte pourrait être d'utiliser une unique éprouvette afin d'obtenir plusieurs couples de données  $(\sigma, \dot{\epsilon}_p)$ . Ceci est d'autant plus intéressant que la quantité de matière disponible pour la présente étude est relativement restreinte. Malheureusement, du fait que le matériau étudié ne présente pas de stade de fluage stationnaire, toute estimation de la vitesse de fluage minimale effectuée trop longtemps avant la rupture de l'éprouvette n'indique qu'une borne supérieure très approximative. Pour indication, la vitesse de

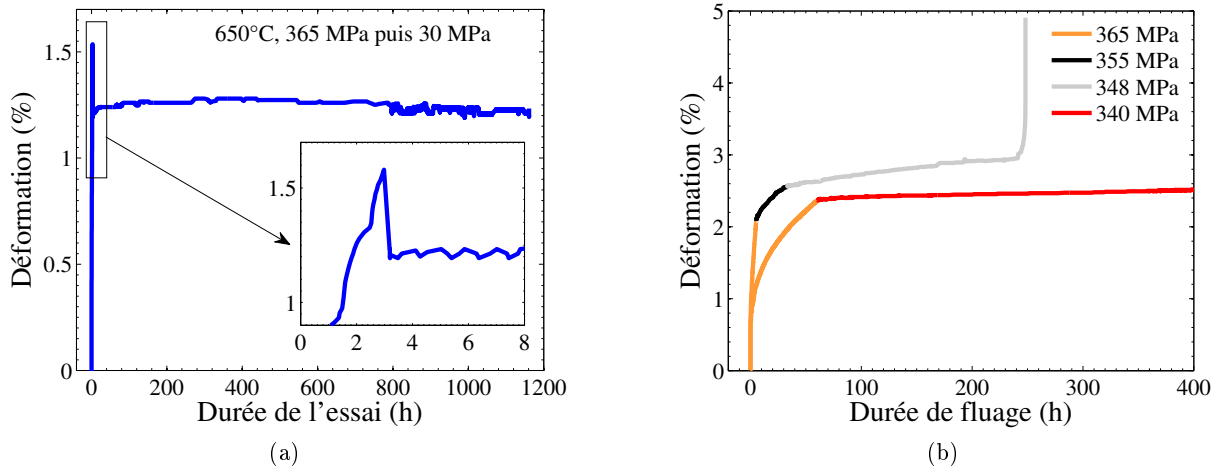


FIGURE 3.15 – Essais de fluage à sauts de contrainte réalisés à 650°C sur la nuance J05.

déformation mesurée 1h après la fin de la mise en charge peut s'avérer jusqu'à 1000 fois supérieure à la valeur mesurée à *rupture*. Les essais présentés ici seront en revanche utilisés afin d'évaluer les performances du modèle de comportement uniaxial qui sera introduit dans le chapitre 4.

### 3.4.2 Essai de fatigue-fluage

La réalisation d'essais de fatigue-fluage permet entre autres d'étudier l'influence de la déformation plastique cumulée sur le comportement en fluage d'un matériau. La figure 3.16 présente un essai de fatigue-fluage réalisé sur la nuance F43, à 650°C. La figure 3.16a décrit le cycle de déformation imposé. Une première sollicitation en traction est conduite pour atteindre une déformation de +0,35%. Le niveau de contrainte ainsi atteint est alors maintenu constant, ce qui donne lieu à une phase de fluage. Lorsqu'une déformation de fluage de 0,5% est atteinte, l'éprouvette est mise en compression afin d'atteindre une déformation de -0,35%, puis de nouveau en traction pour atteindre 0,35% et débiter une nouvelle phase de fluage.

La figure 3.16b illustre l'influence d'un tel cyclage sur le comportement en fluage du matériau. Elle décrit l'évolution de la déformation de fluage en fonction du temps de maintien pour 4 phases de fluage. Il apparaît que la vitesse de déformation décroît à mesure que le nombre de cycles de fatigue-fluage augmente. La raison principale de cette diminution de la vitesse de déformation s'avère être un très léger adoucissement du matériau. La contrainte appliquée à chaque phase de fluage décroît en effet d'environ 1 MPa par cycle, comme le montre l'encart de la figure 3.16b. Le comportement en fluage du matériau étant très sensible au niveau de contrainte appliqué, cette très légère diminution de la contrainte implique un ralentissement de la déformation de fluage. Ceci s'avère d'ailleurs nettement visible sur les tout premiers cycles, pour lesquels vitesse de fluage et contrainte diminuent fortement. Un exposant de Norton  $n = 33$  est identifié à partir de ces phases de fluage interrompues à 0,5% de déformation. Cette valeur élevée n'est pas surprenante dans le cas d'acier ODS. Elle est cependant inférieure à l'exposant  $n = 97$  identifié précédemment

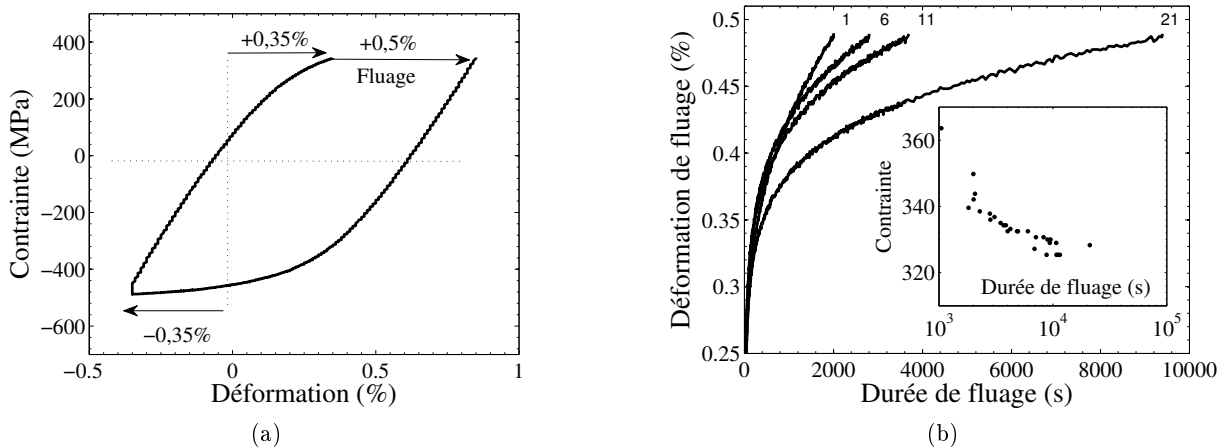


FIGURE 3.16 – Essai de fatigue-fluage à 650°C sur la nuance F43. (a) Cycle de fatigue-fluage et (b) évolution de la déformation de fluage pour 4 maintiens en fluage (cycles 1, 6, 11, 21). La relation entre le niveau de contrainte imposé (en MPa) et le temps nécessaire pour atteindre 0,5% de déformation en fluage est également indiquée.

en fluage. Alors qu'un lien entre vitesse de fluage et niveau de contrainte est une nouvelle fois mis en évidence, le rôle probable joué par la plasticité cumulée sur l'adoucissement très modéré observé en fatigue-fluage reste encore à identifier.

### 3.4.3 Essai de fluage alterné en traction / compression

Le comportement de la nuance J05 pour une sollicitation de fluage en compression a été déterminé à l'aide d'une unique éprouvette de fatigue dont la géométrie est présentée dans l'annexe D. Afin de déterminer la vitesse de fluage du matériau pour différentes contraintes de compression, des phases successives de fluage en traction et en compression ont été réalisées sur cette éprouvette. La figure 3.17a présente les 4 premières phases de fluage réalisées au cours de cet essai. Les changements de charge sont effectués à la vitesse de 5 MPa · s<sup>-1</sup>, qui correspond à la vitesse de mise en charge des essais de fluage présentés précédemment.

La figure 3.17b décrit les résultats obtenus en présentant l'évolution de la vitesse de déformation minimale de fluage en fonction de la contrainte appliquée. Les résultats des essais de fluage sous contrainte de traction conduits jusqu'à rupture sont également reportés. Les pointillés verticaux symbolisent la diminution de la vitesse de déformation instantanée au cours des essais à 650°C. Les vitesses de déformation identifiées au cours des phases de fluage en traction s'avèrent nettement supérieures aux valeurs mesurées précédemment. Bien qu'elles soient identifiées pour des temps de fluage limités (entre 5h et 70h), les vitesses de déformation à +350 MPa sont cohérentes avec les données de fluage à rupture. Elles se situent en effet dans le domaine de variation indiqué par les pointillés associés à ce niveau de contrainte. En revanche, les phases de fluage en traction à +300 MPa (et +310 MPa) conduisent à des vitesses de déformation légèrement supé-

rieures à la borne supérieure du domaine de variation identifié à ce niveau de contrainte, malgré des durées de fluage comprises entre 17 et 65 heures. Cette différence peut éventuellement être attribuée à une dispersion expérimentale non prise en compte, puisque la plage d'évolution de la vitesse de déformation n'est basée que sur un seul essai de fluage. On peut également soupçonner un effet de la déformation plastique cumulée ou du niveau de contrainte moyenne sur le comportement en fluage. Pour une contrainte de fluage de +300 MPa, des vitesses de déformation très similaires sont mesurées pour des essais dont la déformation plastique cumulée varie d'un facteur 4 (de 1,7% à 6,6%). Un effet de la déformation plastique cumulée semble donc être exclu. De la même manière, les résultats obtenus ne permettent pas de mettre en évidence une influence du niveau de contrainte moyenne.

La comparaison entre traction et compression montre que d'une manière générale, la vitesse de déformation sous fluage compressif est supérieure à celle mesurée en traction. Un facteur 50 est globalement observé. Cette différence de comportement correspond à un décalage de l'ordre de -50 MPa par rapport aux données de traction à même température et même vitesse de déformation. Une fois de plus, la déformation plastique cumulée ne semble pas pouvoir expliquer cette différence de comportement entre traction et compression, puisqu'elle augmente de manière peu ou prou symétrique au cours de cet essai de fluage alterné. Par ailleurs, une nette différence de vitesse de déformation est observée entre deux phases successives de fluage à -300 MPa et +300 MPa, alors que la contrainte moyenne conserve la même valeur. Cette dernière ne permet donc pas de rendre compte de la différence de comportement observée. En revanche, une dissymétrie du domaine d'élasticité est en mesure de le faire. Dans l'éventualité où la limite d'élasticité du matériau serait plus faible en compression qu'en traction, une différence de vitesse de fluage allant dans le sens des résultats obtenus serait en effet attendue. Une dissymétrie initiale du domaine d'élasticité traduit l'existence d'une contrainte cinématique non nulle, positive, qui ne disparaît pas au cours du chargement cyclique imposé. Puisque la différence de comportement observée se traduit par un décalage de 40 à 50 MPa en termes de contrainte, une contrainte cinématique initiale, et constante, d'environ 20 à 25 MPa permettrait de rendre compte de la différence observée. Il a été fait mention précédemment d'une telle dissymétrie au cours des cycles de fatigue donnant lieu à une contrainte moyenne non nulle. Une valeur atteignant 20 MPa et divisée par deux en quelques cycles en déformation imposée avait été identifiée. Au vu de la déformation subie par le matériau au cours de l'étape de consolidation, la persistance de contraintes résiduelles directionnelles est tout à fait envisageable.

Une comparaison précise de l'entrée en plasticité de deux autres nuances ODS 14Cr élaborées au CEA a pu être menée en se basant sur des essais de traction simple et de compression simple [Praud, 2012, Vanegas-Márquez *et al.*, 2011]. Ces essais ont été réalisés à température ambiante. Ils ne permettent cependant pas de conclure sur cette question puisqu'ils ne mettent pas en évidence d'anisotropie du domaine d'élasticité.

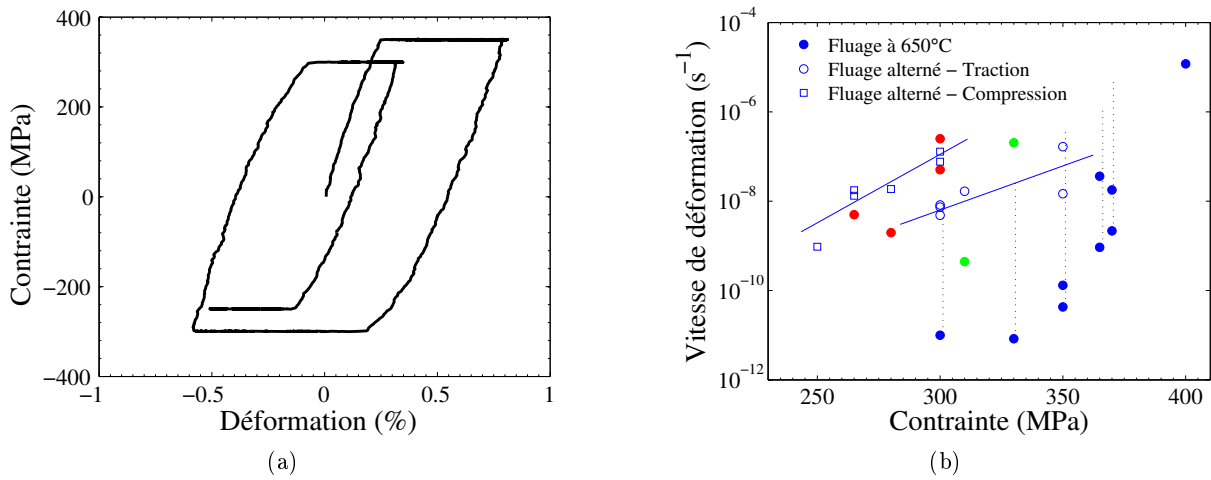


FIGURE 3.17 – Fluage en traction et compression de la nuance J05. (a) Relation contrainte-déformation illustrant 4 phases successives de fluage [ +350 MPa / -300 MPa / +300 MPa / -250 MPa ]. (b) Valeurs absolues des vitesses de fluage tracées en fonction des valeurs absolues des niveaux de contrainte appliqués. Les données d’essais de fluage à rupture à 650°C, 700°C et 750°C sont également reportées (ronds bleus, verts et rouges respectivement). Les pointillés noirs symbolisent la diminution de la vitesse de fluage entre des temps de fluage  $t = 1\text{h}$  et  $t = t_{\text{rupture}}$  pour des essais de fluage atteignant la rupture.



### 3.5 Relaxation

La réalisation d'un essai de relaxation permet *a priori* d'explorer une partie importante du domaine  $(\dot{\varepsilon}_p, \sigma)$  à l'aide d'une seule éprouvette. Des essais de relaxation à 650°C ont été menés sous air sur des éprouvettes cylindriques de 3,5 mm de diamètre et de 18 mm de longueur utile. Cette géométrie est identique à l'une des géométries d'éprouvettes utilisées pour la réalisation d'essais de traction et de fluage. Elle ne possède pas de collerettes autorisant la mise en place d'une extensométrie directement sur la longueur utile de l'éprouvette. Un système d'extensométrie en tête d'éprouvette, habituellement utilisé pour la mesure de la déformation au cours d'essais de fluage, a été mis en place. Il est utilisé pour l'asservissement de la machine électro-mécanique utilisée. Les courbes de relaxation obtenues par ce dispositif sont présentées dans la figure 3.18a. L'essai de relaxation noté 3 a été obtenu sur une éprouvette de relaxation à collerettes (cf. annexe D).

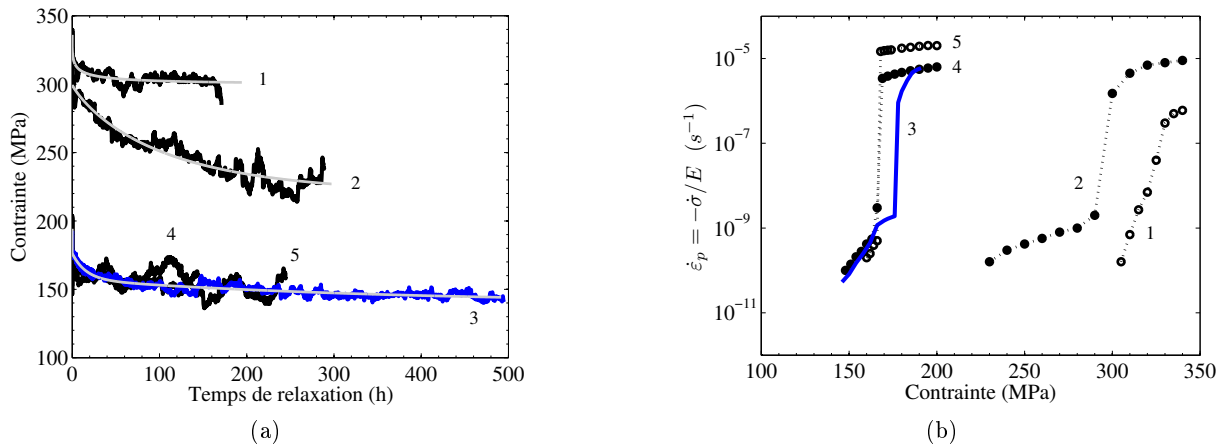


FIGURE 3.18 – Résultats de cinq essais de relaxation menés à 650°C sur la nuance J05. Évolution (a) de la contrainte en fonction du temps et (b) de la vitesse de déformation en fonction du niveau de contrainte. Les tracés en bleu (essai 3) correspondent à une géométrie d'éprouvette de relaxation standard et les courbes en noir à une géométrie sans collerette. Niveaux de contrainte initiaux des essais : 330 MPa (essais 1 et 2) et 190 MPa (essais 3, 4 et 5). Les données *lissées* utilisées pour tracer (b) sont représentées dans (a) pour les essais 1, 2 et 3.

La mise en charge des essais présentés dans la figure 3.18 a été réalisée à une vitesse de déformation imposée de  $10^{-5} \text{ s}^{-1}$ , jusqu'à atteindre une contrainte de 190 MPa ou de 330 MPa. La courbe de relaxation déterminée à partir d'une géométrie d'éprouvette de relaxation standard présente tout d'abord une première phase de relaxation très rapide de la contrainte, qui s'accompagne d'une diminution de la vitesse de déformation plastique de  $6 \cdot 10^{-6} \text{ s}^{-1}$  jusqu'à une valeur de  $2 \cdot 10^{-9} \text{ s}^{-1}$ , pour une contrainte de 177 MPa. Une seconde phase de relaxation commence alors. Elle est caractérisée par une basse vitesse de déformation plastique, comme le montre la figure 3.18b. Les courbes de relaxation obtenues à partir de la seconde géométrie d'éprouvette s'avèrent

bien plus bruitées que la précédente. Des phases durant lesquelles la contrainte augmente sont en effet observées. Elles pointent la précision insuffisante du dispositif de mesure mis en place. Malgré cela, le dépouillement des courbes obtenues conduit également à l'identification de deux phases de relaxation bien distinctes. La première phase, dont la durée est de l'ordre de 20 à 70 s, correspond à une diminution de la contrainte à vitesse de déformation plastique quasiment constante. Une courte phase de transition durant laquelle la vitesse de déformation chute brutalement<sup>a</sup> conduit alors à une phase de déformation à vitesse de déformation beaucoup plus basse. Des tendances similaires sont ainsi observées avec les deux dispositifs de relaxation employés.

## 3.6 Étude de l'endommagement

Après avoir étudié l'influence de la température et de la vitesse de sollicitation sur le comportement du matériau, cette section s'intéresse à leur influence sur l'endommagement du matériau.

### 3.6.1 Observation des faciès de rupture

Les essais de traction et de fluage réalisés dans la direction longitudinale ont montré qu'au-delà de 400°C, la ductilité du matériau était fortement influencée par la vitesse de sollicitation. Afin d'identifier une éventuelle évolution de l'endommagement, comme rapportée dans la littérature, des observations de faciès de rupture ont été réalisées en microscopie électronique à balayage. Ces observations ont montré que deux types d'endommagement coexistent entre 550°C et 750°C.

#### Faciès de rupture en traction

La figure 3.19 résume les observations menées sur le faciès d'une éprouvette sollicitée à 650°C et  $10^{-5} \text{ s}^{-1}$ . Elle montre un faciès de rupture qui se divise en une zone centrale et une zone périphérique, zones que l'on peut d'ailleurs distinguer en microscopie optique. La zone centrale est globalement perpendiculaire à l'axe de sollicitation alors que la zone périphérique est plutôt en biseau. Un grandissement intermédiaire – figures 3.19b et 3.19d – permet d'observer la présence de cupules dans chacune de ces deux zones. Le diamètre de ces cupules est compris entre 1 et 5  $\mu\text{m}$ . La figure 3.19c montre que les cupules de la zone périphérique sont clairement dessinées, sans que l'on puisse toutefois distinguer de particules en fond de cupule. Ce type de faciès correspond à une rupture ductile. La figure 3.19e permet d'observer le centre du faciès à fort grandissement. À cette échelle, on peut distinguer des débris au sein des cupules. Ces débris sont en réalité des grains. Leur taille, quelques centaines de nanomètres, correspond en effet à la largeur des grains observés au MET. Il apparaît donc qu'un mécanisme d'endommagement intergranulaire a conduit à la décohésion de ces grains. Cette décohésion n'est pas généralisée puisque certaines zones ont subi une déformation importante, menant à l'apparition de parois verticales et formant les *cupules* identifiées à plus faible grandissement. Ces observations sont tout à fait similaires à celles présentées dans le premier chapitre concernant la rupture en fluage d'alliages ODS-Al<sup>b</sup>. Depuis la publication des observations effectuées sur la nuance d'acier ODS J05 [Steckmeyer *et al.*, 2010], des

a. des exposants de Norton compris entre 90 et 900 sont identifiés durant ces phases.

b. Comparer pour cela les figures 1.15a et 3.19e.

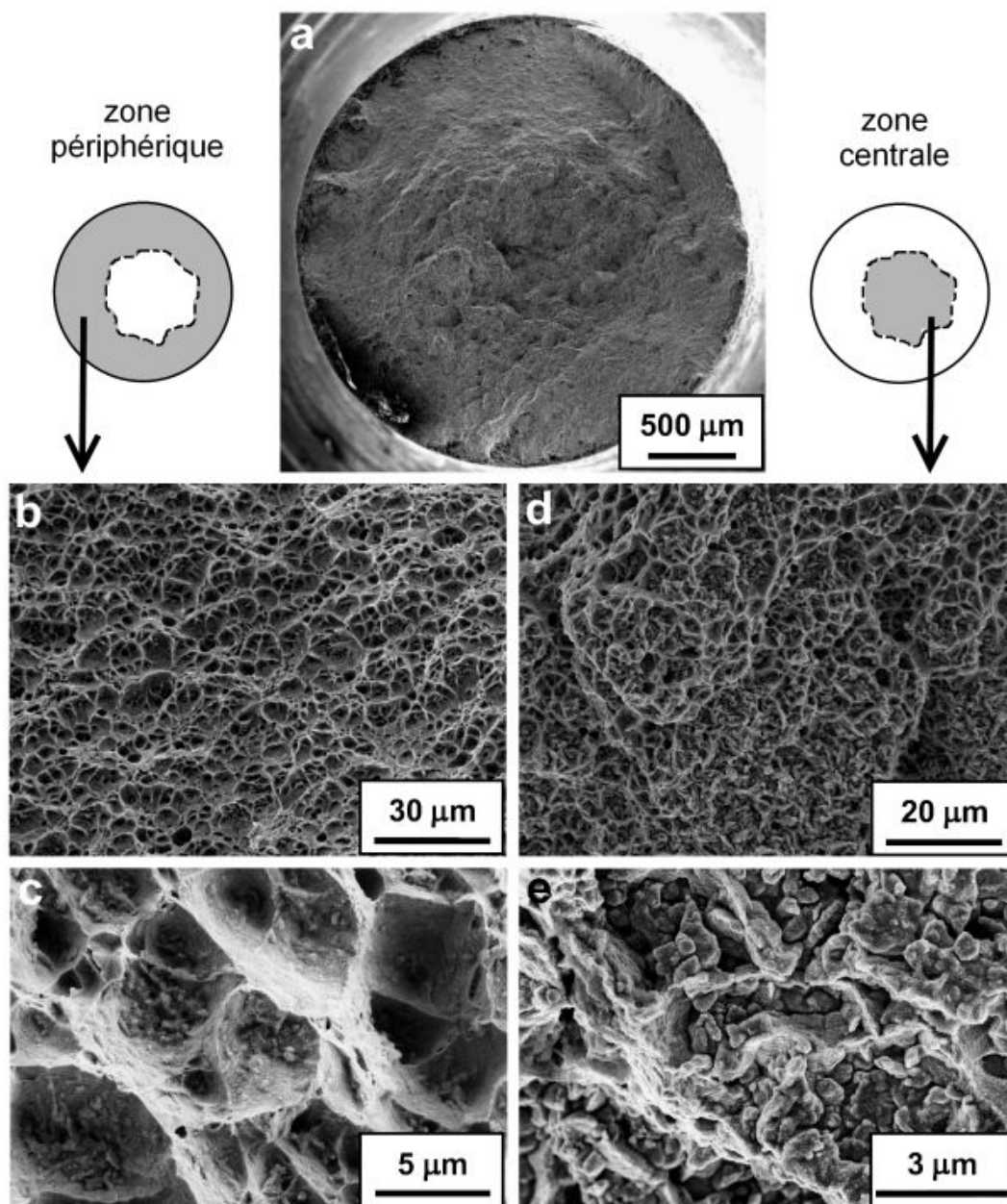


FIGURE 3.19 – Observation du faciès de rupture d'une éprouvette de J05 sollicitée en traction à 650°C à une vitesse de déformation de  $10^{-5} \text{ s}^{-1}$ .

observations identiques ont été rapportées dans la littérature sur la nuance 14YWT (observation d'endommagement intergranulaire au-delà de 700°C [Kim *et al.*, 2010, Byun *et al.*, 2010]).

Les deux mécanismes d'endommagement identifiés à 750°C /  $10^{-3} \text{ s}^{-1}$  ont également été observés entre 550°C et 750°C quelle que soit la vitesse de sollicitation. Pour une vitesse de déformation donnée, la zone où la décohésion intergranulaire domine s'étend lorsque la température augmente. Pour  $\dot{\epsilon} = 10^{-5} \text{ s}^{-1}$ , elle recouvre par exemple 20% du faciès à 550°C et près de 40% à 750°C (cf. figure 3.20). Il y a donc une corrélation certaine entre la chute de ductilité et la présence d'un mécanisme d'endommagement par décohésion intergranulaire. Ces observations conduisent finalement aux mêmes constats que ceux issus de l'étude de la nuance MA956 en ce qui concerne l'influence de la température et de la vitesse de sollicitation sur la rupture des aciers ODS [Salomon, 1993, Whittenberger, 1978]. La figure 3.20a montre que les parois ductiles

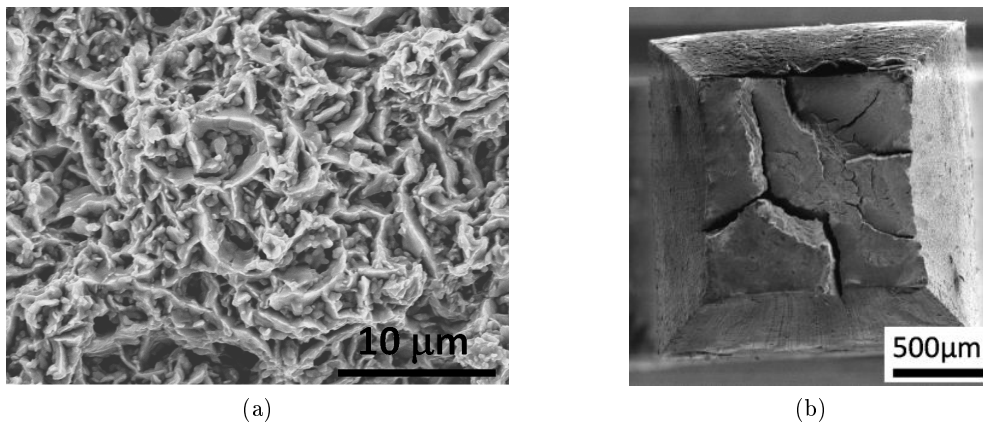


FIGURE 3.20 – (a) Zone de décohésion intergranulaire observée sur une éprouvette sollicitée à 550°C /  $10^{-5} \text{ s}^{-1}$  et (b) faciès d'une éprouvette rompue en traction à 20°C /  $7 \cdot 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ . Nuance J05.

identifiées dans la zone de décohésion intergranulaire ne se referment pas nécessairement pour former des cupules. Le mécanisme intergranulaire auquel elles sont associées n'a pas été identifié en dessous de 500°C. À 20°C, la rupture est ductile, quelle que soit la vitesse de sollicitation. La figure 3.20b montre qu'à cette température, d'importantes fissures secondaires, parallèles à la direction de sollicitation, sont observées. Kim *et al.* ont également observé ce type de fissuration secondaire à température ambiante sur la nuance 14YWT [Kim *et al.*, 2010].

### Faciès de rupture en fluage

L'observation des faciès de rupture des éprouvettes rompues en fluage conduit à l'identification des mêmes mécanismes entre 650°C et 900°C. Malgré les faibles vitesses de déformation atteintes au cours des essais de fluage, le mécanisme impliquant le plus de ductilité est toujours présent. Il permet de rendre compte de l'augmentation importante de la déformation des éprouvettes observée sur une durée très courte, juste avant la rupture. Le mécanisme de décohésion intergranulaire

semble par ailleurs légèrement modifié aux très basses vitesses de déformation. La figure 3.21a présente le faciès de rupture d'une éprouvette rompue après plus de 27000 h de fluage à 650°C sous une contrainte de 330 MPa. La vitesse de fluage minimale correspondant à cet essai est de  $8,3 \cdot 10^{-12} \text{ s}^{-1}$ . La déformation totale de cette éprouvette a été de 2,2% et de seulement 0,9% sans considérer l'augmentation brutale de la déformation en fin d'essai. Le faciès de rupture de cette éprouvette présente bien deux zones différentes d'aspect (A et B), tout comme les éprouvettes de traction. Une observation à plus fort grandissement (cf. figure 3.21b) confirme que la zone qui est globalement perpendiculaire à l'axe de sollicitation (zone A) correspond à de la rupture intergranulaire. Le fait que cette zone ne soit pas totalement entourée par la seconde constitue une première différence avec l'observation des éprouvettes de traction. Par ailleurs, contrairement aux éprouvettes de traction, la présence de parois étirées donnant lieu à la formation de cupules n'est pas observée dans la zone d'endommagement intergranulaire.

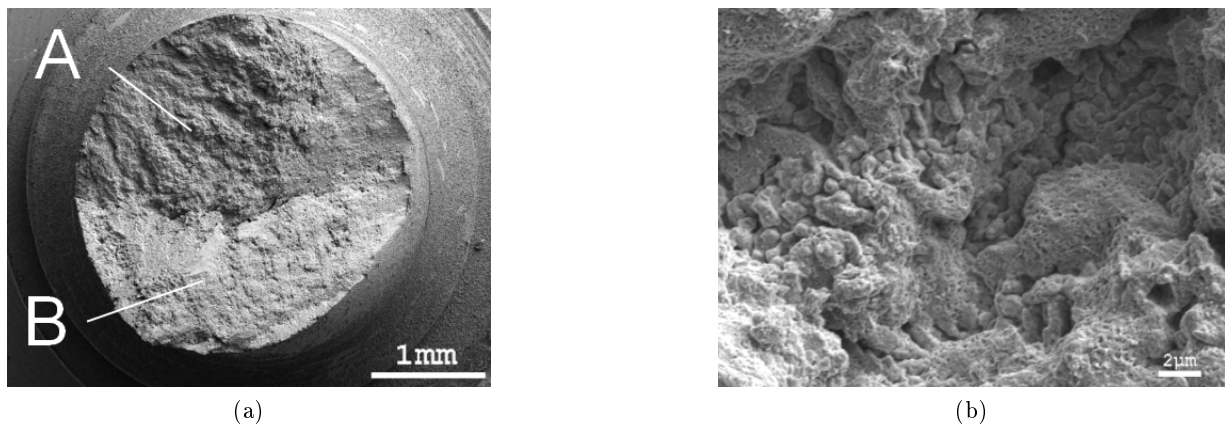


FIGURE 3.21 – Faciès de rupture d'une éprouvette de J05 rompue en fluage à 650°C après 27380h sous une contrainte de 330 MPa observée au MEB. (a) vue générale et (b) observation à plus fort grandissement du centre du faciès, dans la zone A.

### 3.6.2 Observation de l'endommagement en volume

#### Observation de coupes longitudinales

L'observation de coupes longitudinales permet d'évaluer l'endommagement en volume des éprouvettes. La figure 3.22 présente la coupe d'une éprouvette de traction longitudinale sollicitée à  $750^\circ\text{C} / 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ . La striction de cette éprouvette est relativement prononcée : la réduction de section est de 45%. Des cavités sont observées dans la zone de striction de l'éprouvette et sur une distance d'environ 1 mm à partir du faciès. Dans cette zone, leur densité diminue à mesure que la distance au faciès augmente. À proximité du faciès, les plus grosses cavités semblent s'étendre perpendiculairement à la direction d'extrusion, ce qui est visible sur la figure 3.22c. Par ailleurs, des cavités plus petites sont observées le long des chapelets d'oxydes de titane présentés dans le

chapitre précédent. Ces observations montrent que ces particules indésirables favorisent la formation de cavités, qui peuvent alors croître et coalescer. Sakasegawa *et al.* ont fait le même constat en examinant l'endommagement en fluage d'une nuance ODS 9Cr [Sakasegawa *et al.*, 2006].

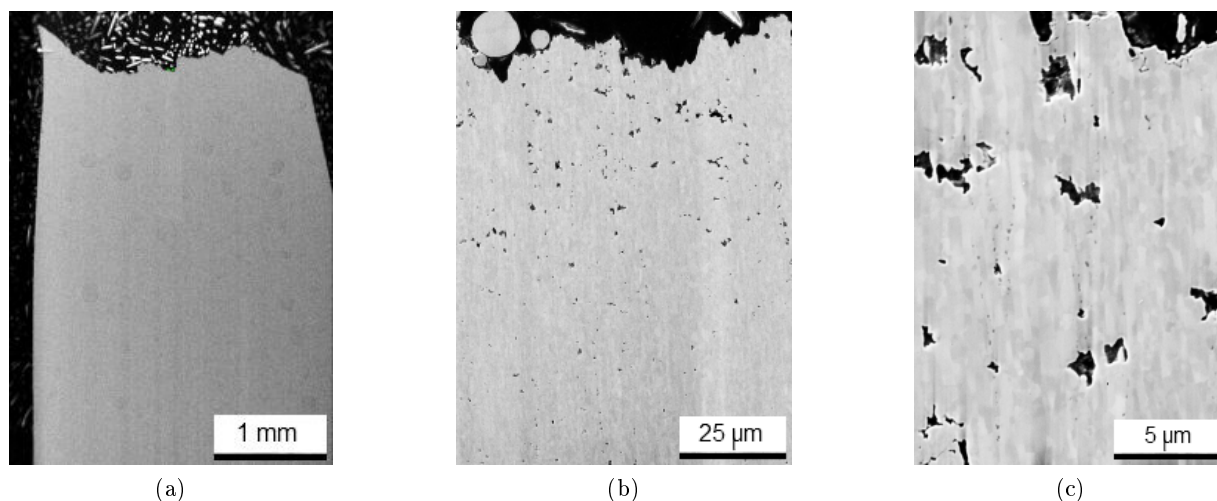


FIGURE 3.22 – Coupe longitudinale d'une éprouvette de traction sollicitée à  $750^{\circ}\text{C} / 10^{-3} \text{ s}^{-1}$  indiquant la présence de cavités sous le faciès de rupture.

À plus de 1 mm du faciès, seules quelques cavités éparses sont observées. Aucun endommagement généralisé n'est donc mis en évidence. Les cavités identifiées sont toujours liées à la présence de chapelets de gros oxydes, présents le long de certains joints de grains, comme le montre la figure 3.23a. Le rôle néfaste de ces cavités a d'ailleurs été observé par la présence d'une telle particule, sur un des faciès de rupture en traction (cf. figure 3.23b). Le rôle de ces particules sur la rupture a également été mis en évidence suite aux essais de fatigue [Kuběna *et al.*, 2012].

Dans le cas des sollicitations de fluage, les quelques cavités observées dans le fût de l'éprouvette semblent se transformer en véritables fissures, orientées dans la direction de sollicitation (qui est ici la direction de filage). Ceci est illustré par la figure 3.24a. La faiblesse de certains joints de grains, ceux sur lesquels de gros oxydes sont repérés, conduit donc à un endommagement en volume des éprouvettes de fluage. Des observations menées sur des éprouvettes de MA957 rompues également en fluage montrent le même type d'endommagement. Par ailleurs, une phase fragile fissurée perpendiculairement à la direction de sollicitation est observée sur la nuance MA957 après un maintien prolongé à haute température. L'analyse de cette phase apparaît compatible avec une phase  $\chi$  de composition  $\text{Fe}_{42}\text{Cr}_{12}\text{Mo}_1\text{Ti}_3$ . Ce type de phase a déjà été observé sur la nuance MA957 [Wilshire *et al.*, 2004] et sur la nuance DT2203Y03 [Zakine *et al.*, 1996a, Zakine *et al.*, 1996b]. Park *et al.* indiquent que la phase  $\chi$  a une plus grande affinité envers le tungstène qu'envers le molybdène [Park *et al.*, 2006]. On pourrait alors s'attendre à observer également la formation de phase  $\chi$  dans la nuance J05, qui contient 1% de tungstène. Cependant, aucune phase fragile n'a été observée sur la nuance J05 après 7200 heures de fluage à  $650^{\circ}\text{C}$ . Les résultats obtenus par Grot et Spruiell sur un acier austénitique 316TiM indiquent que la différence de teneur en titane

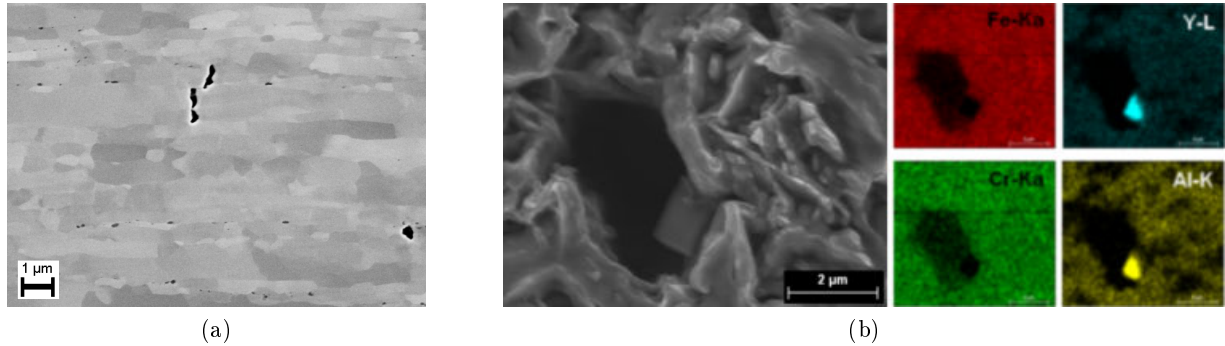


FIGURE 3.23 – Mise en évidence du rôle néfaste des gros oxydes de titane et d'aluminium sur la germination de cavités. (a) Coupe longitudinale révélant la présence de cavités le long de chapelets de particules de TiO<sub>2</sub> (traction 750°C / 10<sup>-5</sup> s<sup>-1</sup>) et (b) particule micronique riche en yttrium et aluminium observée sur un faciès de rupture (traction 550°C / 10<sup>-3</sup> s<sup>-1</sup>).

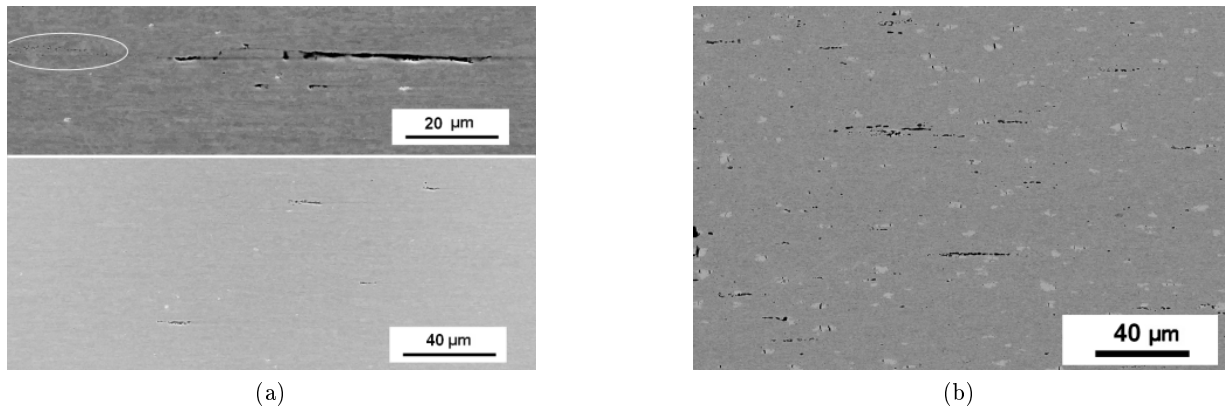


FIGURE 3.24 – Observations au MET de l'endommagement en volume d'éprouvettes sollicitées en fluage. (a) Nuance J05 rompue après 7200h à 650°C / 350 MPa. (b) Nuance MA957 après 3470h à 650°C / 250 MPa. Les phases claires ont été identifiées comme étant des phases  $\chi$  [Steckmeyer *et al.*, 2012].

entre les nuances J05 (Fe-14Cr-1W-0,26Ti) et MA957 (Fe-14Cr-1Ti-0,3Mo) peut expliquer un écart important en termes de cinétique de formation de la phase  $\chi$  [Grot et Spruiell, 1975].

### Mesures de micro-dureté

Des mesures de micro-dureté ont été réalisées sur les coupes longitudinales de certaines éprouvettes de traction. Les mesures réalisées dans la partie de l'éprouvette ayant subi une déformation homogène n'indiquent aucune modification de la dureté par rapport à sa valeur initiale (400 Hv). Ce résultat est cohérent avec le très faible écrouissage identifié sur les courbes de traction du matériau. En revanche, une diminution de la dureté est observée dans la zone de striction. Cette diminution est progressive et conduit à une valeur minimale de la dureté au plus près du faciès de rupture. Cette diminution de la dureté s'avère d'autant plus importante que la striction de l'éprouvette est prononcée. Elle atteint jusqu'à 10% pour les éprouvettes présentant une striction de l'ordre de 45%. Elle est clairement associée à la cavitation observée en sub-faciès puisqu'elle s'étend sur une zone d'autant plus grande que la striction de l'éprouvette est prononcée et que l'étalement des cavités est important.

## 3.7 Conclusion

La caractérisation du comportement mécanique de la nuance ODS 14Cr J05 élaborée au CEA a été effectuée par l'intermédiaire d'essais de traction, de fluage, de fatigue et de relaxation. Des essais de fluage à sauts de contrainte et fatigue-fluage ont également été réalisés. Cette caractérisation a été principalement menée à la température de 650°C, qui est la température du cahier des charges du futur RNR-Na Astrid. Des essais ont été réalisés à d'autres températures afin d'évaluer l'influence de cette dernière. Les résultats principaux sont résumés ici.

- La nuance J05 se situe parmi les meilleures nuances d'aciers ODS développées à l'heure actuelle. Elle présente une bonne ductilité en traction ainsi qu'une très bonne durée de vie en fluage. Sa résistance mécanique en traction se situe dans la moyenne des nuances ODS.
- Les essais de fatigue ont permis de mettre en évidence (i) une absence d'adoucissement / d'écrouissage cyclique de la nuance J05, (ii) une absence d'évolution notable de la densité de dislocations au cours de la déformation et (iii) la prépondérance de la contribution cinématique à la contrainte d'écoulement du matériau.
- La relation entre vitesse de déformation et contrainte, identifiée à partir d'essais de traction et de fluage à différentes températures, se résume à une unique courbe maîtresse lorsque que l'on s'affranchit de l'effet de la température (par l'intermédiaire du coefficient d'auto-diffusion en volume du fer et du module d'Young du matériau). Cette courbe présente trois régimes différents, indiquant l'existence de mécanismes de déformation distincts.
- Malgré la perfectibilité du dispositif de relaxation mis en place, les essais menés identifient également différents régimes de comportement, renforçant ainsi les conclusions précédentes.
- La vitesse de sollicitation apparaît comme un paramètre clé. Elle influence la résistance mécanique du matériau, mais surtout elle impacte sa ductilité à haute température. En traction comme en fluage, la ductilité du matériau diminue à mesure que la vitesse de



- sollicitation diminue. Cette tendance a également été mise en évidence sur d'autres nuances.
- Un pic de ductilité est identifié en traction à 600°C quelle que soit la vitesse de sollicitation. Ce pic de ductilité est corrélé à un maximum de la sensibilité à la vitesse de déformation.
  - Des mesures de dureté sur éprouvettes rompues confirment la quasi-absence d'écrouissage du matériau durant les essais de traction. La diminution de dureté observée au niveau de la zone de rupture est associée à la cavitation observée en sub-faciès.
  - L'endommagement en volume du matériau est directement lié à la présence de particules indésirables de quelques centaines de nanomètres de diamètre, riches en titane et/ou aluminium. Celles-ci se situent le long de *prior particle boundaries*, c'est-à-dire de joints de grains correspondant à la surface d'anciens grains de poudre.

## Chapitre 4

# Modélisation du comportement mécanique longitudinal

### Sommaire

---

<b>4.1</b>	<b>Limite d'élasticité et évolution en température . . . . .</b>	<b>126</b>
4.1.1	Limite d'élasticité à basse température . . . . .	126
4.1.2	Évolution des mécanismes de déformation avec la température . . . . .	127
4.1.3	Bilan . . . . .	128
<b>4.2</b>	<b>Modèle de comportement macroscopique en <math>\rho</math> . . . . .</b>	<b>129</b>
4.2.1	Description du modèle . . . . .	129
4.2.2	Paramètres du modèle et identification . . . . .	130
4.2.3	Résultats : traction et fatigue . . . . .	131
<b>4.3</b>	<b>Modélisation basée sur l'évolution de la contrainte cinématique . .</b>	<b>133</b>
4.3.1	Modification du modèle . . . . .	133
4.3.2	Lois d'évolution de $X$ et de $\rho$ . . . . .	133
4.3.3	Identification des paramètres et résultats . . . . .	135
<b>4.4</b>	<b>Modélisation des essais de fluage et de relaxation . . . . .</b>	<b>137</b>
4.4.1	Apport d'un terme de restauration statique . . . . .	137
4.4.2	Fluage et relaxation . . . . .	140
<b>4.5</b>	<b>Modélisation des essais de fluage à sauts de contrainte et de fluage alterné . . . . .</b>	<b>143</b>
4.5.1	Fluage à sauts de contrainte . . . . .	143
4.5.2	Fluage alterné en traction / compression . . . . .	145
<b>4.6</b>	<b>Ajout d'un critère de rupture en fluage . . . . .</b>	<b>146</b>
<b>4.7</b>	<b>Conclusion . . . . .</b>	<b>148</b>

---

Ce premier chapitre de modélisation traite du comportement mécanique longitudinal de la nuance ODS 14Cr J05 élaborée au CEA. L'objectif est de reproduire le comportement mécanique du matériau en employant des outils de modélisation relativement simples (uni-dimensionnels). La première partie de ce chapitre s'intéresse à l'évolution des mécanismes de déformation avec la température. Elle montre que la compréhension actuelle de ces derniers reste très limitée. Les sections suivantes présentent une modélisation macroscopique uniaxiale développée afin de reproduire le comportement du matériau à haute température, tel qu'il a été identifié dans le chapitre précédent.

## 4.1 Limite d'élasticité et évolution en température

La section 1.5.1 s'est attachée à décrire l'ensemble des mécanismes qui sont susceptibles de participer au durcissement des aciers renforcés par dispersion d'oxydes. Puisque les caractérisations mécaniques ont permis d'accéder à l'évolution de la limite d'élasticité en fonction de la température (cf. figure 3.1b), il est intéressant d'évaluer dans quelle mesure les mécanismes de déformation évoqués sont capables de rendre compte des mesures expérimentales. Ceci est fait au travers d'une modélisation succincte et analytique, par superposition de différents mécanismes de renforcement. Ce type de démarche, qui a déjà été mis en place avec succès pour différents matériaux [Li, 2003], permet d'évaluer la pertinence des mécanismes de déformation réels.

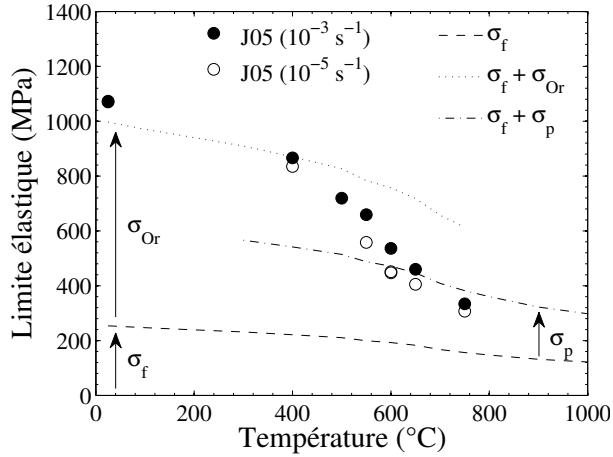
### 4.1.1 Limite d'élasticité à basse température

La distance inter-particules  $L_p$  est le paramètre clé permettant de définir la contrainte critique  $\sigma_{Or}$  correspondant au mécanisme de renforcement par contournement d'Orowan. Celle-ci peut-être estimée à partir du diamètre moyen  $d$  des nano-particules ainsi que de leur fraction volumique  $f_v$  par l'équation  $L_p = d * (\pi/6f_v)^{1/2}$  qui fait l'hypothèse d'une distribution spatiale aléatoire [Martin, 1980]. Dans le cas de la nuance J05, cela conduit à une valeur de l'ordre de 30 nm (pour  $d = 2,3$  nm et  $f_v = 0,3\%$ ). L'expression la plus simple de la contrainte d'Orowan [Orowan, 1948] conduit alors à une estimation de la limite d'élasticité à température ambiante  $\sigma_{Or} = M\mu b/L_p$  valant 2112 MPa, avec  $M = 2,9$  [Rosenber et Piehler, 1971] et  $\mu = 88$  GPa. Cette estimation s'avère nettement supérieure à la valeur de 1058 MPa mesurée expérimentalement. Ceci s'explique d'une part par l'incertitude portant sur la valeur de  $L_p$  et d'autre part par le fait que l'expression  $\tau_{Or} = \mu b/L_p$  met en jeu un certain nombre d'hypothèses simplificatrices<sup>a</sup>. Kocks affine cette expression en prenant en compte les interactions entre segments d'une même dislocation et en supposant une distribution aléatoire de particules [Kocks, 1977]. Il aboutit alors à l'expression de la contrainte d'Orowan décrite par l'équation 4.1a dans laquelle  $r_0$  est le rayon du cœur de la dislocation.

Cette expression, plus précise, conduit à une évaluation de la contrainte d'Orowan à température ambiante de 743 MPa pour  $r_0 = b = 2,5 \cdot 10^{-10}$  m. En superposant à cette contrainte d'Orowan une contribution liée à la forêt de dislocations  $\sigma_f = \alpha\mu b\sqrt{\rho} = 253$  MPa (pour  $\rho =$

---

a. particules ponctuelles distribuées selon un réseau régulier, absence d'interaction entre segments d'une même dislocation.



$$\sigma_{Or} = \frac{0,9M}{4\pi(1-\nu)} \frac{\ln(4d/r_0)^{3/2}}{\ln(L_p/r_0)^{1/2}} \frac{\mu b}{L_p - d} \quad (4.1a)$$

$$\sigma_f = \alpha \mu b \sqrt{\rho} \quad (4.1b)$$

$$\sigma_p = 0,9M \frac{(1-k^2)^{3/4}}{[1 + (1-k^2)^{3/4}]} \frac{\mu b}{L} \quad (4.1c)$$

FIGURE 4.1 – Modélisation de la limite d'élasticité de la nuance J05 par superposition de différents mécanismes.

$1 \cdot 10^{14} \text{ m}^{-2}$  et  $\alpha = 0,4$ ), une valeur de 996 MPa est obtenue. La superposition  $\sigma_y = \sigma_{Or} + \sigma_f$  conduit donc à une estimation raisonnable de la limite d'élasticité du matériau à température ambiante. La figure 4.1 montre que cette estimation reste correcte à 400°C.

Le fait d'obtenir une estimation convenable de la limite d'élasticité ne permet cependant en aucun cas de trancher sur la nature des mécanismes de renforcement en jeu. Les autres mécanismes (renforcement par l'effet de taille des grains, par solution solide...) ont en effet été exclus de manière arbitraire dans le présent raisonnement. Au-delà de cette estimation, c'est surtout l'évolution qu'elle présente avec la température qui constitue le résultat principal. La figure 4.1 peut être interprétée de la manière suivante : les mécanismes dont la dépendance en température n'est dictée que par l'évolution des paramètres d'élasticité (module de cisaillement  $\mu$  en l'occurrence) ne permettent pas de décrire la chute prononcée de la limite d'élasticité du matériau à partir de 400°C. Des mécanismes thermiquement activés sont ainsi susceptibles d'apparaître à partir de 400°C.

Le modèle semi-empirique de Couvrat [Couvrat, 2011] présenté dans la section 2.3 (cf. figure 2.7) consistait pour sa part à identifier la limite d'élasticité comme étant la somme des différentes contributions possibles. Cette somme, pondérée par des coefficients  $\alpha_i$  identifiés de manière empirique, inclut la contribution  $\sigma_{HP}$  de renforcement lié à la taille de grain (équation 1.3). L'expression obtenue,  $\sigma_y = \sigma_0 + \alpha_1 \sigma_{HP} + \alpha_2 \sigma_{Or} + \alpha_3 \sigma_f$ , a permis à l'auteur d'estimer les différentes contributions. Le problème de l'évolution de cette limite d'élasticité avec la température reste le même puisque  $\sigma_{HP}$ ,  $\sigma_{Or}$  et  $\sigma_f$  dépendent de la température *via* le module de cisaillement  $\mu$ .

#### 4.1.2 Évolution des mécanismes de déformation avec la température

À plus haute température, il apparaît nécessaire d'introduire la contribution de mécanismes thermiquement activés. La contrainte de détachement du modèle de Arzt-Rösler-Wilkinson, pré-

sentée dans le premier chapitre, est décrite par l'équation 4.1. Cette expression dépend du paramètre  $k$ , qui est le facteur de relaxation de la tension de ligne d'une dislocation en interaction (*attractive*) avec une particule. La figure 4.1 présente la courbe résultant de la superposition  $\sigma_y = \sigma_f + \sigma_p$  de ce mécanisme (pour  $k = 0,923$ ) avec l'écroutissage par la forêt de dislocations. À haute température, la prévision de la limite d'élasticité est améliorée par la prise en compte d'un mécanisme d'épinglement des dislocations plutôt que d'un contournement d'Orowan. La précision de cette prévision pourrait éventuellement être améliorée en considérant une évolution du paramètre  $\alpha$  intervenant dans l'équation 4.1b. Celui-ci est en fait susceptible de décroître lorsque la température augmente, comme indiqué par Kocks et Mecking pour les métaux cubiques à faces centrées [Kocks et Mecking, 2003].

La modélisation succincte présentée ici met en avant une évolution des mécanismes de renforcement au-delà de 400°C. Les observations *in situ* de la mobilité des dislocations dans des aciers ODS rapportées dans la littérature en apportent une preuve expérimentale. Trois études expérimentales se sont intéressées au mouvement des dislocations au sein des aciers renforcés par dispersion d'oxydes et confirment une telle évolution. Il s'agit d'observations MET *in situ* réalisées sur les nuances MA956 [Bartsch *et al.*, 1999], MA957 [Malaplate *et al.*, 2011] et J05 [Praud *et al.*, 2011], pour des températures allant de 20°C à 1010°C. Ces études démontrent que le comportement des dislocations évolue en fonction de la température. Par ailleurs, elles indiquent que le rôle de renfort des nano-particules existe quelle que soit la température.

À température ambiante, les dislocations ont un vecteur de Burgers de type  $\frac{1}{2}\langle 111 \rangle$  et sont contenues dans des plans  $\{110\}$ . De longs segments rectilignes de dislocations *vis* sont observés, du fait d'une mobilité accrue des dislocations *coin*. Le mouvement de ces segments *vis* est un mouvement saccadé : alternance de stations immobiles et de glissements relativement rapides. La longueur moyenne des glissements apparaît supérieure à la distance moyenne entre précipités. Ces observations indiquent selon les auteurs que le mouvement des dislocations *vis* est principalement gouverné par la friction de réseau, et que celle-ci est supérieure à la contrainte critique de franchissement des nano-renforts [Malaplate *et al.*, 2011]. Le mouvement des dislocations *coin* est quant à lui principalement contrôlé par des interactions avec les nano-particules de type ancrage/déancrage. Aucune des trois études ne mentionne l'observation de boucles de dislocations laissées autour des nano-renforts par le passage des dislocations.

Au-delà de 500°C, le vecteur de Burgers des dislocations est toujours de type  $\frac{1}{2}\langle 111 \rangle$ . Les dislocations sont observées au sein de plans  $\{110\}$ ,  $\{112\}$  et  $\{123\}$ . Les longs segments *vis* ne sont plus observés. De nombreux segments de dislocations apparaissent courbés entre deux points d'ancrage. Le mouvement global des dislocations est beaucoup plus fluide. Les durées d'ancrage et de glissement apparaissent équivalentes. Par ailleurs, l'activation de sources de dislocations près des joints de grains est observée [Praud *et al.*, 2011]. Ces observations sont présentées dans l'annexe A, consacrée à l'étude du glissement aux joints de grains dans les aciers ODS.

### 4.1.3 Bilan

La complexité de la microstructure des aciers ODS implique qu'un grand nombre de mécanismes de déformation sont susceptibles d'intervenir, simultanément ou successivement. Bien que ces différents mécanismes puissent être *a priori* répertoriés, il s'avère très compliqué de reconstituer le comportement des matériaux étudiés en se basant uniquement sur les expressions

théoriques qui leur sont associées. Une autre approche doit donc être menée. L'une des possibilités est d'utiliser les outils de la mécanique comme moyen d'investigation. Il s'agit alors de simplifier au maximum la description (micro-)mécanique et d'évaluer la pertinence des prévisions d'une telle modélisation. Par la suite, cette description peut être rendue (au besoin) de plus en plus complexe, afin de parer à ses propres lacunes. C'est la démarche qui est entreprise ici. Elle aboutit à l'établissement d'un modèle macroscopique uniaxial décrivant le comportement de la nuance ODS étudiée.

## 4.2 Modèle de comportement macroscopique en $\rho$

L'hypothèse initiale de ce premier modèle est de relier la déformation macroscopique à l'évolution de la densité de dislocations présentes au sein du matériau [Kocks et Mecking, 2003]. Cette première hypothèse est tout à fait classique dans la description de comportement des matériaux métalliques. Elle limite cependant d'ores et déjà le champ d'application d'un tel modèle puisqu'elle écarte *a priori* toute déformation par diffusion de lacunes et d'atomes interstitiels ou encore par mouvement des joints de grains. Les essais de fluage à basse contrainte et haute température ayant montré que de tels mécanismes devaient probablement être envisagés, il est important de bien mesurer les limites posées par cette première hypothèse.

### 4.2.1 Description du modèle

Pour cette première approche, le cadre de modélisation retenu est macroscopique. Il s'apparente aux modèles — KME — proposés par Kocks, Mecking et Estrin [Estrin et Mecking, 1984, Kocks et Mecking, 2003]. La notion de système de glissement ayant une orientation donnée dans l'espace n'est pas présente dans ce modèle. La densité de dislocations  $\rho$  est une grandeur moyenne sur l'ensemble du matériau étudié. Elle ne fait aucune distinction entre dislocations *vis* et *coin*, ou encore entre dislocations fixes et mobiles. Le formalisme retenu associe à cette densité de dislocations une vitesse moyenne de glissement  $\bar{v}$ . La déformation plastique du matériau est alors définie en reliant le taux de déformation plastique  $\dot{\epsilon}_p$  aux grandeurs  $\rho$  et  $\bar{v}$  par une simple loi d'Orowan  $\dot{\epsilon}_p = \rho b \bar{v}$ , où  $b$  désigne la norme du vecteur de Burgers des dislocations.

La vitesse des dislocations étant influencée à la fois par la température et par le niveau de contrainte, le choix est fait de relier le taux de déformation plastique à la densité de dislocations  $\rho$ , à la température  $T$ , au niveau de contrainte  $\sigma$  et à la contrainte effective  $\sigma_{eff}$  par l'expression suivante :

$$\dot{\epsilon}_p = \rho b \bar{v} = \rho b v_0 \exp\left(\frac{-E_a}{k_B T}\right) \sinh\left(\frac{V_\sigma \sigma_{eff}}{k_B T}\right) \times \text{signe}(\sigma) \quad (4.2)$$

Cette équation décrit un comportement viscoplastique 1D. L'activation thermique de la déformation est prise en compte par la présence de l'exponentielle décroissante de l'énergie d'activation du glissement viscoplastique  $E_a$ . Le sinus hyperbolique permet de rendre compte de la dépendance fortement non-linéaire de la vitesse de déformation plastique vis-à-vis de la contrainte effective  $\sigma_{eff}$ . Le volume d'activation  $V_\sigma$  définit la viscosité du modèle.

À la composante viscoplastique  $\epsilon_p$  ainsi définie s'ajoute une composante élastique  $\epsilon_e$  pour former la déformation  $\epsilon = \epsilon_e + \epsilon_p$ . La déformation élastique est directement liée au niveau de

contrainte  $\sigma$  par la relation d'élasticité  $\sigma = E\varepsilon_e$  faisant intervenir le module d'Young  $E$  du matériau.

La contrainte effective  $\sigma_{eff}$  intervenant dans l'équation 4.2 est à l'origine de la force motrice qui s'exerce sur les dislocations et qui conduit à l'apparition de glissement, et donc de déformation plastique. Dans les modèles macroscopiques, cette contrainte effective correspond à la différence entre le niveau de contrainte appliqué et les différentes variables d'écrouissage [Lemaître et Chaboche, 1988]. Avec l'introduction de la densité de dislocations comme variable interne, il est naturel d'introduire un écrouissage lié à l'accumulation et à l'enchevêtrement des dislocations, à savoir un écrouissage par la forêt de dislocations. Ainsi,  $\sigma_{eff}$  est définie par l'équation 4.3 dans laquelle  $\langle \cdot \rangle_+$  représente la partie positive.  $\sigma$  est la contrainte appliquée.  $R_0$  regroupe les contributions telles que la friction de réseau ou le durcissement par solution solide. Il s'agit de la limite d'élasticité du matériau pour une densité de dislocations hypothétiquement nulle.

$$\sigma_{eff} = \langle |\sigma| - R \rangle_+ \quad \text{avec} \quad R = R_0 + \alpha M \mu b \sqrt{\rho} \quad (4.3)$$

La densité de dislocations, dont la valeur initiale est  $\rho_0$ , évolue au cours de la déformation. D'une part, elle augmente du fait de la production de dislocations, par exemple par l'activation de sources de Frank et Read. D'autre part, elle diminue du fait de l'annihilation des dislocations [Essmann et Mughrabi, 1979, Rauch, 1993]. Cette compétition entre un terme de création et un terme d'annihilation est décrite par l'équation 4.4 qui traduit une évolution non-linéaire de la densité de dislocations. Cette équation ne contient pas de terme de restauration statique de la densité de dislocations. Cette dernière atteint une valeur asymptotique  $\rho_\infty$  pour une déformation plastique cumulée importante.  $\rho_c$  représente l'augmentation de la densité de dislocations par unité de déformation plastique.

$$\dot{\rho} = \rho_c |\dot{\varepsilon}_p| - \rho_c |\dot{\varepsilon}_p| \frac{\rho}{\rho_\infty} = \rho_c (1 - \rho/\rho_\infty) |\dot{\varepsilon}_p| \quad (4.4)$$

#### 4.2.2 Paramètres du modèle et identification

Le modèle décrit ici comprend 6 paramètres principaux ajustables que sont : la vitesse de référence de glissement des dislocations  $v_0$ , l'énergie d'activation  $E_a$ , le volume d'activation  $V_\sigma$ , la contrainte seuil  $R_0$ , et les grandeurs  $\rho_c$  et  $\rho_\infty$  définissant l'évolution de la densité de dislocations. Ces paramètres ajustables sont repérés en gras dans le tableau 4.1 qui répertorie l'ensemble des paramètres du modèle.

La vitesse de glissement des dislocations  $v_0$  peut être définie par la relation  $v_0 = \lambda \nu_0$  dans laquelle  $\nu_0$  est la fréquence de Debye [Feaugas, 1999, Caillard et Martin, 2003]. Cette dernière, qui correspond à la fréquence de vibration du réseau atomique, est de l'ordre de  $10^{13} \text{ s}^{-1}$ . La longueur  $\lambda$  est de l'ordre de  $b$ . Elle caractérise la distribution des obstacles au mouvement des dislocations et vaut  $\lambda = 0,38 \text{ nm}$  d'après [Feaugas, 1999]. En accord avec les observations du chapitre précédent (cf. figure 3.8), la valeur retenue pour l'énergie d'activation  $E_a$  correspond à l'énergie d'activation du phénomène de diffusion d'un atome de fer dans un alliage Fe-15Cr, de l'ordre de  $226 \text{ kJ mol}^{-1}$  d'après [Ray et Sharma, 1968].

Le modèle décrit ici a été implémenté par le biais du logiciel SiDoLo. Ce logiciel est dédié à la résolution d'équations aux dérivées partielles par l'intermédiaire de méthodes d'intégration de

type Runge-Kutta. Il permet notamment de réaliser une optimisation des paramètres du modèle en cherchant à diminuer automatiquement l'écart entre une base de données expérimentale et les simulations correspondantes. Une première identification des paramètres ajustables a été réalisée afin de reproduire au mieux trois courbes de traction à 650°C pour trois vitesses de sollicitation différentes. Les paramètres  $E_a$ ,  $V_\sigma$  et  $R_0$  sont identifiés dans un premier temps afin de reproduire convenablement l'entrée en plasticité aux trois vitesses de déformation. Les paramètres d'écrouissage  $\rho_c$  et  $\rho_\infty$  sont ensuite déterminés pour décrire l'écrouissage du matériau. Les résultats obtenus sont présentés dans la figure 4.2. Les valeurs des coefficients du modèle sont indiquées dans le tableau 4.1.

Paramètre	Symbole	Valeur	Unité
<b>Paramètres de la loi de glissement</b>			
Densité de dislocations initiale	$\rho_0$	$1 \cdot 10^{14}$	$\text{m}^{-2}$
Norme du vecteur de Burgers	$b$	$2,5 \cdot 10^{-10}$	m
Vitesse de référence des dislocations	$\mathbf{v}_0$	3 800	$\text{m.s}^{-1}$
Énergie d'activation	$\mathbf{E}_a$	212,2	$\text{kJ.mol}^{-1}$
Volume d'activation	$\mathbf{V}_\sigma$	47,4	$b^3$
Constante de Boltzmann	$k_B$	$1,38 \cdot 10^{-23}$	$\text{J.K}^{-1}$
<b>Paramètres d'écrouissage</b>			
Contrainte seuil	$\mathbf{R}_0$	278	MPa
Coefficient $\alpha$	$\alpha$	0,3	–
Facteur de Taylor	$M$	2,9	–
Production de dislocations	$\rho_c$	$8,0 \cdot 10^{14}$	$\text{m}^{-2}$
Densité de dislocations à saturation	$\rho_\infty$	$8,0 \cdot 10^{14}$	$\text{m}^{-2}$
<b>Coefficients d'élasticité</b>			
Module d'Young à 650°C	$E$	165	GPa
Module de cisaillement à 650°C	$\mu$	63,5	GPa
Coefficient de Poisson	$\nu$	0,3	–

Tableau 4.1 – Paramètres du modèle de comportement macroscopique basé sur l'évolution de la densité de dislocations. Les paramètres ajustables apparaissent en gras. Ils ont été identifiés sur les essais de traction réalisés à 650°C.

### 4.2.3 Résultats : traction et fatigue

La figure 4.2a démontre la capacité du modèle mis en place à reproduire le comportement en traction à 650°C de la nuance ODS J05. La définition d'une plasticité à seuil élevé associée à un écrouissage modérée par la forêt de dislocations permet de décrire convenablement l'entrée en plasticité du matériau. Celle-ci est marquée par un brusque changement de pente. La dépendance à la vitesse de sollicitation est également correctement reproduite par ajustement du volume d'activation  $V$ .

Le modèle ainsi calibré peut être utilisé pour simuler le comportement en fatigue du matériau.



La comparaison aux résultats de fatigue expérimentaux constitue alors une validation du modèle puisque ces essais n'ont pas été employés pour l'identification des paramètres du modèle. La simulation d'un essai de fatigue à amplitude de déformation imposée est indiquée dans la figure 4.2b. Le modèle de comportement défini étant basé uniquement sur l'évolution d'un écrouissage isotrope, on retrouve naturellement deux caractéristiques de ce type d'écrouissage, à savoir (i) une boucle de fatigue parallélogrammique et (ii) une amplitude de contrainte qui augmente en fonction du nombre de cycles.

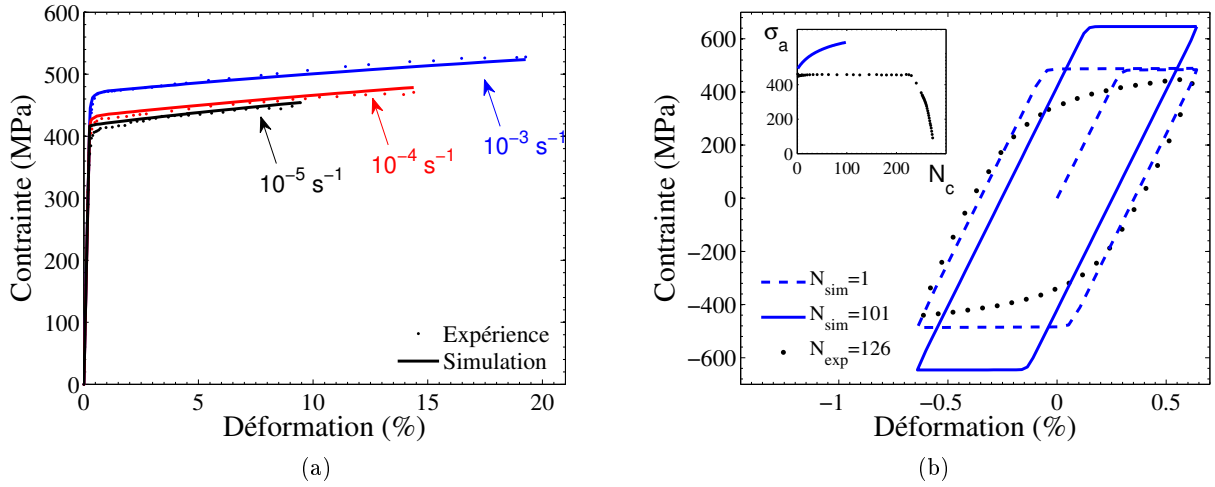


FIGURE 4.2 – Comparaison entre les données expérimentales et les données simulées à partir des valeurs présentées dans le tableau 4.1. (a) Essais de traction à 650°C et trois vitesses de déformation et (b) boucles de déformation en fatigue avec indication du comportement cyclique (cf. encart).

Les prévisions en fatigue du modèle sont en contradiction avec les résultats des essais disponibles (figure 4.2b). Ce point n'est pas surprenant puisque les essais de fatigue réalisés ont mis en évidence le rôle prépondérant de l'écrouissage cinématique, alors que le modèle décrit jusqu'à présent n'en tient absolument pas compte. L'évolution d'un écrouissage isotrope lié à la densité de dislocations conduit nécessairement à un durcissement<sup>a</sup> du matériau, contraire aux résultats expérimentaux. L'évolution de l'écrouissage isotrope doit ainsi être limitée, afin de reproduire le comportement cyclique de la nuance J05, et remplacée par un écrouissage cinématique.

a. ou éventuellement à un adoucissement cyclique lorsque la densité de dislocations diminue.

## 4.3 Modélisation basée sur l'évolution de la contrainte cinématique

### 4.3.1 Modification du modèle

La nécessité de limiter l'évolution de l'écrouissage isotrope ayant été établie, le modèle a été modifié de telle sorte que cette évolution soit inexistante. L'écrouissage isotrope ne disparaît pas, mais devient constant. Cela revient à remplacer le terme  $\alpha M \mu b \sqrt{\rho}$  – décrivant l'évolution de la limite d'élasticité  $\sigma_y$  avec la densité de dislocations – par un terme constant. Ce terme peut être pris égal à  $\alpha M \mu b \sqrt{\rho_0}$  dans un premier temps. L'introduction d'un écrouissage cinématique  $X$  se fait en modifiant l'expression de  $\sigma_{eff}$  de la manière suivante :

$$\dot{\epsilon}_p = \rho b \bar{v} = \rho b v_0 \exp\left(\frac{-E_a}{k_B T}\right) \sinh\left(\frac{V_\sigma \sigma_{eff}}{k_B T}\right) \times \text{signe}(\sigma - X) \quad (4.5a)$$

$$\sigma_{eff} = \langle |\sigma - X| - R \rangle_+ \quad \text{avec} \quad R = R_0 + \alpha M \mu b \sqrt{\rho_0} \quad (4.5b)$$

Puisque la contrainte isotrope n'évolue plus, ce modèle n'est pas en mesure de reproduire un écrouissage cyclique. Afin de conserver de bonnes prévisions en traction et d'améliorer l'allure des courbes de fatigue simulées, une solution simple est de poser  $X = \alpha M \mu b \sqrt{\rho} - \alpha M \mu b \sqrt{\rho_0}$ . Cette solution a cependant deux inconvénients majeurs. Le premier est le fait qu'elle n'a aucun sens physique, puisqu'elle revient à attribuer explicitement un rôle d'écrouissage cinématique à un phénomène physique purement isotrope, l'écrouissage par la forêt de dislocations. Le second inconvénient est le fait qu'elle ne permet pas d'améliorer de manière franche le comportement cyclique stabilisé du matériau. En effet, au vu des coefficients identifiés précédemment (voir tableau 4.1), la limite d'élasticité initiale du matériau  $\sigma_{y0} = R_0 + \alpha M \mu b \sqrt{\rho_0}$  vaut 416 MPa. Puisque les niveaux de contrainte d'écoulement atteints en traction ne dépassent pas 520 MPa, cette contribution isotrope reste largement prépondérante. Elle impose alors un comportement cyclique similaire à celui de la figure 4.2b, issue de la modélisation.

Afin de parvenir à un modèle permettant une description correcte du comportement cyclique du matériau ODS étudié, il s'avère nécessaire de respecter les rapports entre les différentes composantes de la contrainte, à savoir  $X \sim 3R \sim 3\sigma_v$  avec  $R \sim \sigma_v \sim 80\text{-}100$  MPa (cf. 3.3.2). Il faut donc diminuer la valeur de la limite d'élasticité initiale  $\sigma_{y0}$  et proposer une loi d'évolution de l'écrouissage cinématique permettant de reproduire les essais de traction.

### 4.3.2 Lois d'évolution de $X$ et de $\rho$

Les résultats très simples qui viennent d'être présentés montrent la nécessité d'introduire de l'écrouissage cinématique dans la modélisation développée. D'une manière générale, une contrainte cinématique macroscopique résulte du développement au sein d'un matériau de contraintes directionnelles, c'est-à-dire qui facilitent la déformation plastique lorsque le chargement mécanique est inversé. On parle d'effet Bauschinger à l'échelle macroscopique. Ces contraintes directionnelles sont appelées contraintes à longue portée, par opposition aux phénomènes à courte portée tels que les jonctions entre deux dislocations. Dans le cas des polycristaux, les interactions à longue

portée sont généralement différenciées selon leur origine intergranulaire ou intragranulaire, les deux pouvant coexister [Feaugas, 1999]. Les contraintes intergranulaires sont associées à des incompatibilités de déformation entre les différents grains, du fait de leur différence d'orientation. Les contraintes intragranulaires sont quant à elles issues de la formation d'empilements de dislocations ou d'arrangements des dislocations sous la forme de murs et de cellules de dislocations [Mughrabi, 1983].

De nombreux modèles micro-mécaniques prennent en compte des variables d'écrouissage cinématique en associant directement leur évolution à un mécanisme particulier. Comme évoqué ci-dessus, les lois d'évolution décrites par ces modèles peuvent correspondre à des empilements de dislocations aux joints de grains [Estrin et Mecking, 1984, Bouaziz *et al.*, 2008], à des empilements de dislocations autour de précipités non-cisillables [Fribourg *et al.*, 2011], à des sous-structures de dislocations [Hu *et al.*, 1992, Viatkina *et al.*, 2007, Taupin *et al.*, 2012], à des contraintes intergranulaires [Sauzay, 2008] ou encore à une superposition de plusieurs de ces phénomènes [Allain et Bouaziz, 2008].

Puisque, jusqu'à présent, aucun mécanisme n'a clairement été identifié comme étant à l'origine de la contrainte cinématique qui se développe au sein des aciers ODS, le choix est fait ici d'opter pour une description phénoménologique de l'écrouissage cinématique. Par opposition aux modèles micro-mécaniques évoqués ci-dessus, la description phénoménologique du comportement mécanique des matériaux n'établit pas de lien direct entre variables d'écrouissage et mécanismes de déformation, bien qu'il soit généralement possible d'attribuer un sens physique précis aux variables internes de ce type de modèles. Une évolution non-linéaire de la variable cinématique macroscopique  $X$  est retenue [Armstrong et Frederick, 1966]. Elle est décrite par l'équation 4.6.

$$\dot{X} = C\dot{\varepsilon}_p - DX|\dot{\varepsilon}_p| \quad (4.6)$$

En traction monotone, la courbe  $X = f(\varepsilon_p)$  correspondant à cette loi d'évolution est, dans le cas où  $X(0) = 0$  :

$$X = \frac{C}{D} (1 - \exp(-D\varepsilon_p)) \quad (4.7)$$

La pente de cette courbe vaut  $C$  pour  $\varepsilon_p = 0$  et tend vers zéro avec l'augmentation de la déformation plastique. La valeur à saturation de cette variable est  $X_{sat} = C/D$ .

Le fait de retenir une évolution *phénoménologique* de la variable  $X$  conduit à s'interroger sur l'utilité de conserver une loi d'évolution de la densité de dislocations  $\rho$ . En l'état actuel du modèle, cette densité de dislocations n'intervient ni au niveau de l'écrouissage isotrope, puisqu'il a été défini comme étant constant, ni au niveau de l'écrouissage cinématique. Elle intervient en revanche dans la loi de glissement viscoplastique (équation 4.2), basée sur une loi d'Orowan  $\rho b \bar{v}$ . Les observations du matériau après déformation ne mettant pas en évidence de différence notable de la densité de dislocations (cf. 3.3), la variation de  $\rho$  doit rester limitée. Elle n'aura donc que peu d'influence sur le modèle. Le choix est alors fait de supprimer ce paramètre du modèle, malgré sa signification physique évidente. Le modèle est alors défini par les équations 4.8a à 4.8d décrites ci-dessous. Le terme pré-exponentiel  $\rho b v_0$  de la loi de glissement est désormais noté  $\dot{\varepsilon}_0$  (équation 4.8a). Afin d'avoir une plus grande liberté dans la description de l'écrouissage cinématique, une somme de plusieurs contributions non-linéaires est employée (cf. équation 4.8c).

$$\dot{\epsilon}_p = \dot{\epsilon}_0 \exp\left(\frac{-E_a}{k_B T}\right) \sinh\left(\frac{V_\sigma \sigma_{eff}}{k_B T}\right) \times \text{signe}(\sigma - X) \quad (4.8a)$$

$$\sigma_{eff} = \langle |\sigma - X| - R \rangle_+ \quad (4.8b)$$

$$\dot{X} = \sum_i \dot{X}_i = \sum_i (C_i \dot{\epsilon}_p - D_i X_i |\dot{\epsilon}_p|) \quad (4.8c)$$

$$R = R_0 \quad (4.8d)$$

### 4.3.3 Identification des paramètres et résultats

La procédure mise en place afin d'identifier les paramètres de ce nouveau modèle fait intervenir à la fois les essais de traction à 650°C et les essais de fatigue disponibles à cette même température. La première étape a consisté à imposer un seuil de plasticité en accord avec les résultats des essais de fatigue réalisés à 650°C, à savoir  $R_0 \sim 90$  MPa. L'étape suivante est la détermination du nombre optimum de variables cinématiques permettant de décrire convenablement le comportement mécanique longitudinal de la nuance J05.

En l'absence d'évolution de l'écrouissage isotrope, deux variables d'écrouissage cinématique sont *a priori* nécessaires pour décrire le comportement en traction observé expérimentalement. Une première variable doit tout d'abord permettre de décrire l'écrouissage modéré, quasiment linéaire, que présente le matériau au-delà de 1% de déformation. Une seconde variable doit alors être définie afin de décrire l'entrée en plasticité du matériau. Puisque la limite d'élasticité apparente du matériau, qui est de l'ordre de 400 MPa à 650°C, est nettement supérieure à la valeur seuil  $R_0$  fixée, il est nécessaire que la vitesse de saturation de cette autre variable d'écrouissage – définie par le coefficient D – soit très rapide.

La procédure d'identification a cependant montré que deux variables d'écrouissage ne permettaient pas de décrire convenablement le comportement de la nuance ODS étudiée. L'exigence d'une vitesse de saturation très importante pour reproduire une limite d'élasticité apparente élevée à partir d'un seuil  $R_0$  faible conduit à une entrée en plasticité trop brutale, à l'image de celle obtenue sur la figure 4.2a. En terme de comportement en fatigue, cela se traduit par un comportement analogue à celui de la figure 4.2b. Un meilleur compromis a ainsi été obtenu avec trois variables d'écrouissage cinématique :

- Le premier écrouissage cinématique,  $X_1$ , possède une vitesse de saturation très élevée. Il permet de reproduire la limite d'élasticité apparente élevée du matériau tout en conservant un seuil de plasticité  $R_0$  bas. Par ailleurs, un seuil de plasticité faible rend possible le fluage du matériau pour des niveaux de contrainte inférieurs à la limite d'élasticité apparente.
- Le second écrouissage cinématique,  $X_2$ , possède une vitesse de saturation importante, mais inférieure à celle de  $X_1$ . Il adoucit l'entrée en plasticité du matériau et permet de reproduire convenablement la forme de la boucle de fatigue stabilisée.

- Le troisième écrouissage cinématique,  $X_3$ , rend compte de l'écrouissage très modéré du matériau au-delà de 1% de déformation.

Physiquement, la présence de trois variables d'écrouissage cinématique ayant des vitesses de saturation différentes peut être interprétée par l'existence de différents types d'interaction générant des contraintes à longue portée. L'empilement de dislocations sur les nano-renforts proposé par Robertson et Gururaj [Robertson et Gururaj, 2011] est par exemple un mécanisme susceptible de saturer très rapidement, du fait de la faible distance entre obstacles. Il génère notamment des contraintes à longue portée de par l'activation du glissement dévié qu'il rend possible. Par ailleurs, la taille de grain peut être considérée comme une seconde distance caractéristique, et donc être associée à une autre vitesse de saturation. Le mécanisme correspondant pourrait être la création de nouveaux empilements de dislocations, cette fois-ci sur les joints de grains. Le troisième écrouissage cinématique pourrait éventuellement être d'origine intergranulaire, et lié à l'activation de sources de dislocations dans les joints de grains, comme rapporté en MET *in-situ* par Praud [Praud et al., 2011].

La ré-identification de l'ensemble des paramètres du modèle, en incluant essais de traction et de fatigue à 650°C, conduit aux valeurs présentées dans le tableau 4.2. Les vitesses de saturation des trois écrouissages cinématiques s'étendent sur trois ordres de grandeur. La modification des valeurs des paramètres  $E_a$ ,  $V$  et  $R_0$  s'avère faible.

	$C$ (MPa)	$D$ (-)	$X_{sat} = C/D$ (MPa)
$X_1$	732 260	4 465	164
$X_2$	81 900	585	140
$X_3$	500	10	50

Symbole	Valeur	Unité
$\dot{\epsilon}_0$	$3,8 \cdot 10^5$	$s^{-1}$
$E_a$	223,6	$kJ.mol^{-1}$
$V$	41,5	$b^3$
$R_0$	87	MPa

Tableau 4.2 – Valeurs des coefficients du modèle macroscopique décrivant l'évolution des trois variables d'écrouissage cinématique à 650°C.

Les résultats obtenus en traction et en fatigue avec cette version cinématique du modèle macroscopique sont présentés dans la figure 4.3. Une bonne adéquation entre essais et simulations est observée simultanément (i) sur le comportement en traction à différentes vitesses de sollicitation, (ii) sur le comportement cyclique (absence d'écrouissage cyclique) et (iii) sur l'allure de la boucle d'hystérésis stabilisée.

L'écriture du modèle est telle que, en traction monotone, la contribution visqueuse à la contrainte d'écoulement  $\sigma_v = \sigma - X - R$  n'est autre que  $\sigma_{eff}$  (en traction monotone). Au cours de l'essai de fatigue présenté sur la figure 4.3b, cette composante visqueuse atteint 77 MPa aux extremums de contrainte. Cette valeur est à comparer aux 100 MPa mesurés expérimentalement (voir tableau 3.1, 650°C,  $\epsilon_a = 0.7\%$ ). La viscosité du modèle est donc sous-estimée, même si elle reste d'un ordre de grandeur raisonnable.

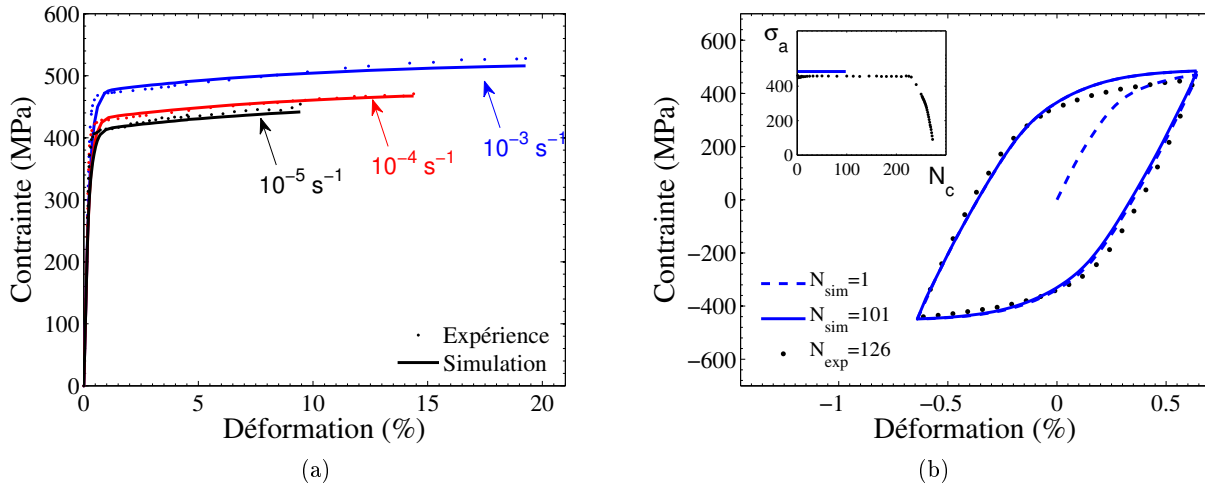


FIGURE 4.3 – Comparaison entre les données expérimentales et les données simulées. Modèle macroscopique uniaxial à écrouissage cinématique. (a) Essais de traction à 650°C et trois vitesses de déformation et (b) boucles de déformation en fatigue avec indication du comportement cyclique (cf. encart).

## 4.4 Modélisation des essais de fluage et de relaxation

### 4.4.1 Apport d'un terme de restauration statique

Le modèle de comportement macroscopique développé dans ce chapitre est en mesure de reproduire convenablement le comportement en traction et en fatigue à 650°C du matériau ODS étudié. La présente section s'intéresse à la modélisation des essais *aux temps longs*, à savoir les essais de fluage et de relaxation. En l'état actuel, il s'avère que le modèle n'est pas en mesure de décrire un quelconque fluage du matériau, si ce n'est pour un niveau de contrainte très élevé au regard des niveaux de contrainte appliqués au cours des essais de fluage.

#### Simulation du fluage sans restauration statique de l'écrouissage

Les figures 4.4a et 4.4c décrivent respectivement l'évolution au cours du temps de la déformation et des différentes contributions à la contrainte d'écoulement (contributions cinématique, isotrope et visqueuse) correspondant à la modélisation d'un essai de fluage à 650°C pour une contrainte de 350 MPa. L'encart présent dans la figure 4.4a montre qu'il n'y a pas de déformation de fluage sur le long terme. À très court terme, il y a en revanche évolution de la déformation. Le chargement est commandé en vitesse de contrainte imposée. La fin de cette phase est repérée par la ligne pointillée sur les figures 4.4a et 4.4c. Durant cette phase, la déformation viscoplastique du matériau évolue. Après la fin du chargement, elle continue à augmenter pendant environ 30 s. Il s'agit d'une phase de fluage – très courte – qui s'arrête complètement par la suite. La figure 4.4c permet d'interpréter cet arrêt du fluage en comparant l'évolution de la contrainte imposée

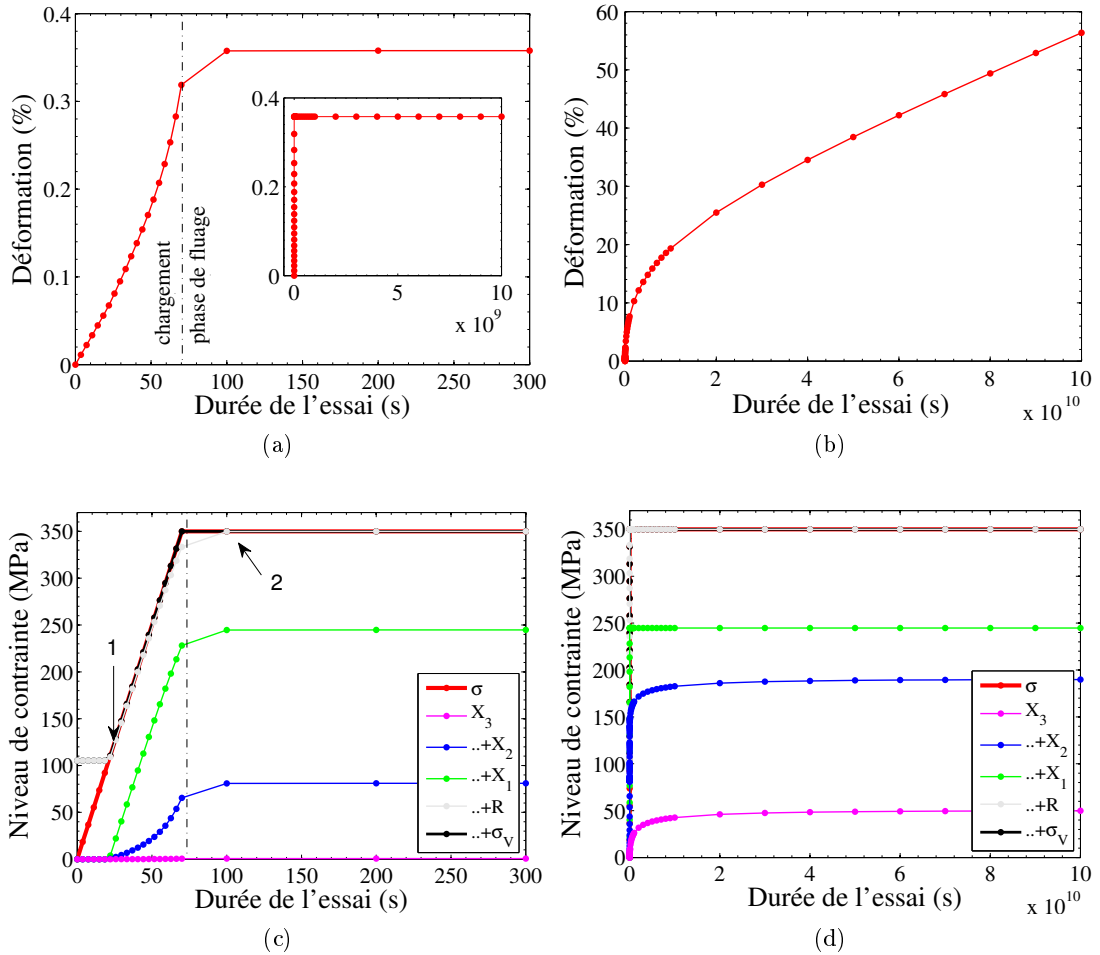


FIGURE 4.4 – Simulations d'un essai de fluage à 350 MPa et 650°C. Modèle macroscopique avec (b et d) et sans (a et c) terme de restauration statique. (a) et (b) déformation en fonction du temps. (c) et (d) évolution des écrouissages en fonction du temps.

et l'évolution de la somme des écrouissages. En début d'essai, la contrainte  $\sigma$  est nulle. Elle augmente linéairement jusqu'à atteindre 350 MPa en fin de chargement. Cette phase de chargement comprend une phase de déformation élastique durant laquelle la déformation évolue de manière linéaire avec le temps et durant laquelle les variables d'écrouissage, initialement nulles, n'évoluent pas. Avec l'augmentation de la contrainte appliquée se produit l'entrée en plasticité, repérée par la flèche **1** sur la figure 4.4c. La vitesse de déformation augmente alors et le matériau s'écrouit progressivement. Cela se traduit par une augmentation des variables cinématiques  $X_1$ ,  $X_2$  et  $X_3$ . Seules les évolutions cumulées de  $X_3$  (*en violet*), de  $X_2 + X_3$  (*en bleu*) et de  $X_1 + X_2 + X_3$  (*en vert*) sont décrites dans la figure 4.4c. En fin de chargement, la somme des écrouissages  $R + X_1 + X_2 + X_3$  n'est pas égale à la contrainte appliquée  $\sigma$ . La composante visqueuse  $\sigma_v = \sigma_{eff}$ , qui est la différence entre ces deux termes, n'est donc pas nulle. Ceci explique la phase de fluage observée puisqu'une contrainte visqueuse non nulle implique une vitesse de déformation non nulle (cf. équation 4.8a). Mais puisqu'une vitesse de déformation non nulle implique un écrouissage non nul, le matériau continue à s'écrouir. La flèche **2** indique le moment où la contrainte effective devient nulle, ce qui est synonyme d'un arrêt de l'écoulement viscoplastique.

### Simulation du fluage avec restauration statique de l'écrouissage

Afin de rendre compte de la déformation de fluage observée expérimentalement, il apparaît nécessaire de décrire une restauration des écrouissages, c'est-à-dire une diminution de ces derniers. Cette restauration doit être une restauration *statique*, c'est-à-dire liée à la variable *temps* et non à la variable *déformation*. Une telle restauration résulte des processus d'annihilation qui se produisent à haute température et qui nécessitent du temps pour s'établir. Le phénomène thermiquement activé de montée des dislocations y participe. Dans le cas présent, la restauration prise en compte doit conduire à une diminution de l'écrouissage cinématique et non de l'écrouissage isotrope (qui conduirait à un adoucissement cyclique).

La figure 4.4b montre l'impact de l'ajout d'un terme de restauration statique dans la loi d'évolution de la variable cinématique  $X_1$ . Une déformation de fluage importante est observée sur une durée elle aussi importante, et même infinie dans le cas présenté ici. La figure 4.4d permet une nouvelle fois d'expliquer ce fluage en suivant l'évolution des écrouissages. La somme des écrouissages  $X_2 + X_3$  (en bleu) augmente au cours du temps, alors que la somme  $X_1 + X_2 + X_3$  (en vert) reste pour sa part constante au cours du temps. Cela signifie que la variable  $X_1$  diminue au cours du temps. C'est directement de cette évolution relative des variables d'écrouissage que découle la déformation viscoplastique de fluage. En supposant que le matériau a une vitesse de déformation nulle, et donc une contrainte visqueuse  $\sigma_v$  nulle, on peut envisager la succession d'étapes suivantes :

1. Avec le temps, l'écrouissage  $X_1$  se restaure partiellement.
2. La diminution de la variable  $X_1$  implique une augmentation de la contrainte visqueuse  $\sigma_v$ . La vitesse de déformation  $\dot{\epsilon}$  devient alors non nulle : le matériau se déforme plastiquement.
3. La déformation plastique du matériau est synonyme d'écrouissage, c'est-à-dire d'une augmentation des variables  $X_1$ ,  $X_2$  et  $X_3$ .
4. Au final, une situation d'équilibre se crée en termes d'écrouissages : la diminution de la variable  $X_1$ , synonyme de restauration, est compensée par l'augmentation de  $X_2$  et de



$X_3$ , synonyme d'écrouissage. Cette situation est caractérisée par une contrainte visqueuse constante, strictement positive, et donc par une vitesse de déformation constante. Elle s'apparente à un régime d'équilibre entre multiplication et annihilation des dislocations.

L'introduction d'un terme de restauration statique sur une des variables d'écrouissage cinématique se traduit par la modification de l'équation de Armstrong-Frederick de la manière suivante :

$$\dot{X}_1 = C_1 \dot{\varepsilon}_p - D_1 X_1 |\dot{\varepsilon}_p| - \left[ \frac{|X|}{M_x} \right]^{m_x} \frac{X}{|X|} \quad (4.9)$$

Le terme de restauration statique non-linéaire présent dans l'équation 4.9 est déterminé par 2 paramètres :  $M_x$  et  $m_x$  [Chaboche, 1989, Besson *et al.*, 2011]. Il a été ajouté à l'équation d'évolution de  $X_1$  (plutôt que  $X_2$  ou  $X_3$ ) car cette variable correspond à un écrouissage qui s'établit très rapidement au cours de la déformation et dont la valeur à *saturation* est élevée. Elle offre donc une possibilité de restauration plus importante. Physiquement, elle peut être interprétée comme une libération par montée des dislocations épinglées ou bloquées au niveau des nano-renforts.

#### 4.4.2 Fluage et relaxation

L'identification des paramètres  $M_x$  et  $m_x$  a été réalisée afin d'obtenir des vitesses minimales de fluage proches de celles mesurées expérimentalement à 300 MPa et 330 MPa. Les valeurs retenues dans les simulations présentées par la suite sont les suivantes :  $M_x = 2100 \text{ MPa} \cdot s^{m_x}$  et  $m_x = 4,75$ .

##### Fluage

Les courbes de fluage présentées dans la figure 4.5 permettent de comparer les résultats de la simulation avec l'expérience. À forte contrainte (400 MPa), la vitesse de fluage est largement sous-estimée par le modèle : la simulation conduit à une vitesse inférieure de plus d'un facteur 100 par rapport à la vitesse mesurée expérimentalement <sup>a</sup>. En revanche, pour les niveaux de contrainte intermédiaires, la vitesse minimale de fluage est en très bon accord avec les relevés expérimentaux. Les simulations à 370 MPa et 300 MPa montrent que la différence de déformation de fluage primaire entre simulation et expérience est à peine d'un facteur 2. Au contraire, l'essai à 220 MPa montre un facteur 5 entre déformations de fluage primaire simulée et mesurée. Il est cependant atypique dans le sens où sa déformation de fluage primaire est anormalement élevée par rapport aux essais réalisés à plus forte contrainte (qui devraient logiquement présenter une déformation primaire plus importante). Cet essai a été arrêté du fait d'un problème de régulation thermique et ne permet pas une comparaison à des temps plus longs, ce qui aurait été intéressant au vu de son niveau de contrainte. Cependant, le modèle décrit correctement la vitesse de déformation sur 5000 h d'essai.

L'évolution de la vitesse minimale de fluage en fonction du niveau de contrainte appliqué est présentée dans la figure 4.6a. Elle montre la bonne précision du modèle en ce qui concerne

a. La différence entre la simulation, menée à contrainte constante, et l'essai, mené à force constante, explique en partie cet écart important.

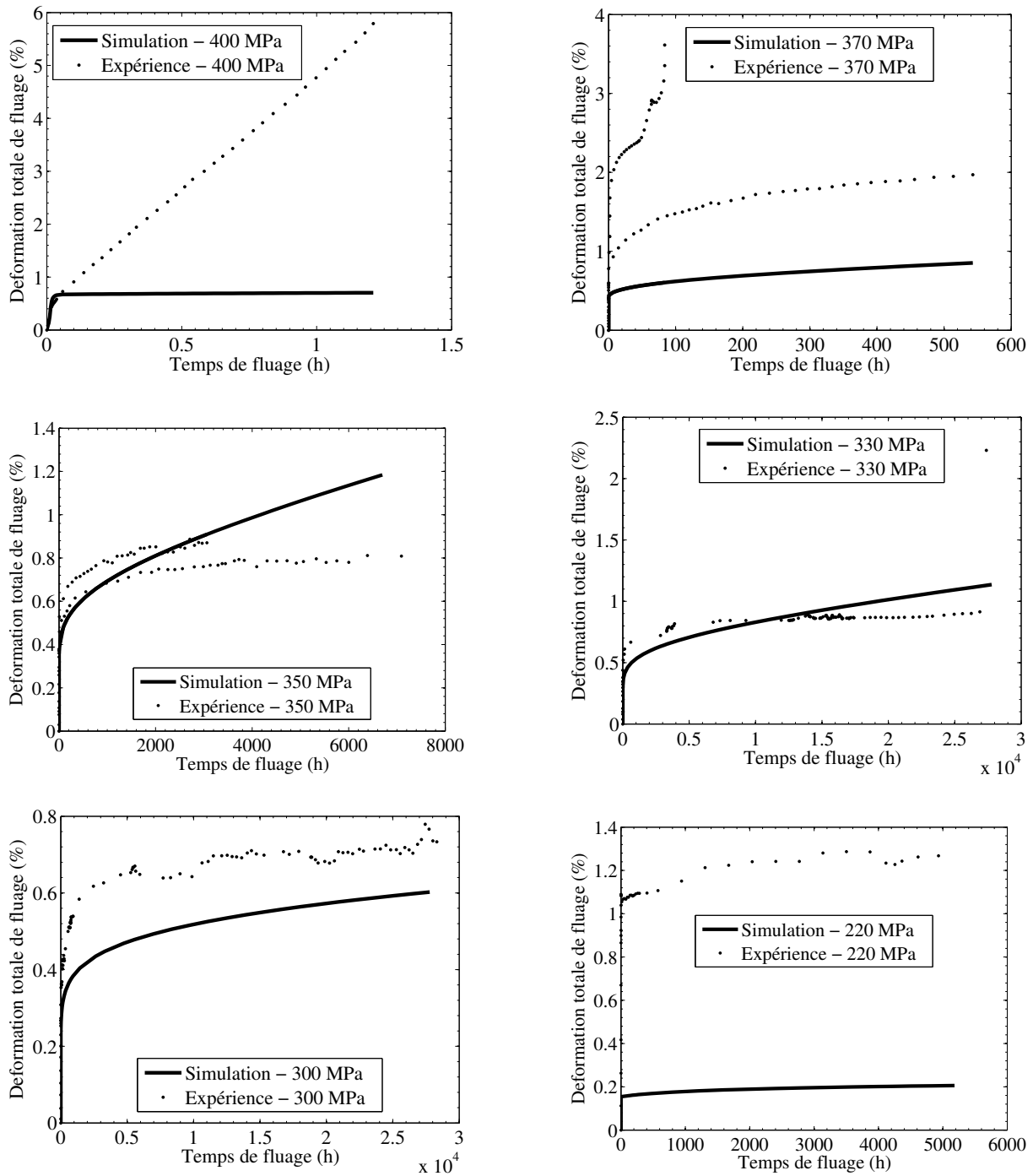


FIGURE 4.5 – Simulations d'essais de fluage à 650°C. Modèle macroscopique uniaxial.

l'estimation de la vitesse minimale de déformation mesurée au cours des essais de fluage. Cette précision est observée pour les niveaux de contrainte intermédiaire : 300 MPa – 370 MPa. Pour les essais réalisés à des contraintes plus élevées (pour lesquelles la durée de vie des éprouvettes se situe entre quelques dizaines d'heures et quelques dizaines de secondes), un écart de plus d'un ordre de grandeur en vitesse de déformation est constaté entre l'expérience et la simulation. À plus basse contrainte, c'est-à-dire pour des durées de fluage supérieures à 3 ans (26 280 h), aucune donnée expérimentale ne permet d'évaluer la précision du modèle.

## Relaxation

La figure 4.6b présente les prévisions du modèle macroscopique développé dans le cas de la simulation des essais de relaxation (non utilisés pour l'identification des paramètres du modèle). Une relaxation relativement importante est constatée pour une contrainte initiale de 330 MPa, en accord avec les résultats expérimentaux. En revanche, pour un niveau de contrainte inférieur (200 MPa), la relaxation de la contrainte est largement sous-évaluée. Afin d'améliorer ces prévisions, il suffit de rendre la relaxation plus prononcée en modifiant directement le terme de restauration statique (en diminuant  $M_x$  et/ou  $m_x$ ). Cela se fait en revanche aux dépens des prévisions du modèle en fluage à contraintes intermédiaires (en accélérant le fluage). Afin de trouver un meilleur compromis entre fluage et relaxation, il semble nécessaire d'affiner la description de la relaxation, en ajoutant par exemple d'autres termes de restauration avec des constantes de temps différentes.

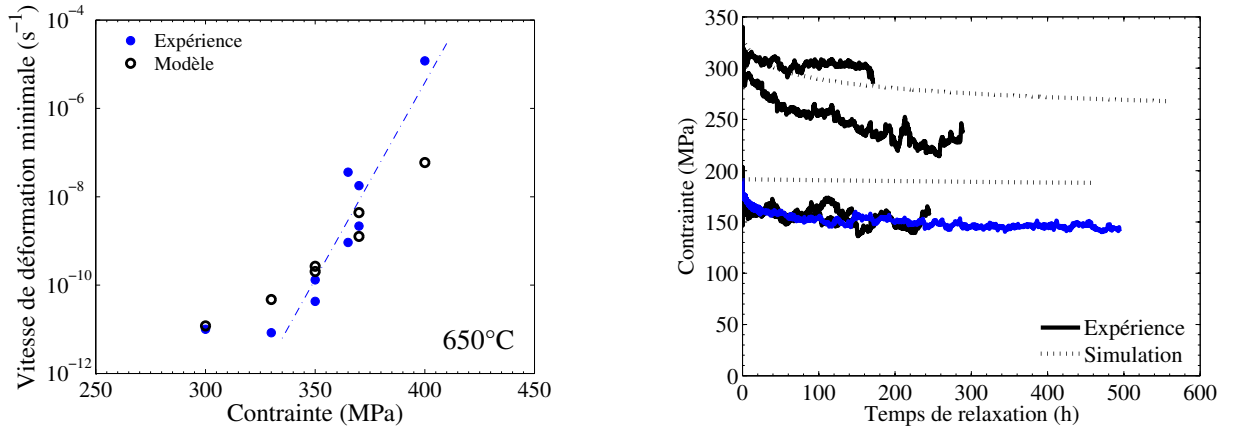


FIGURE 4.6 – Comparaison des résultats obtenus avec le modèle macroscopique en fluage (a) et en relaxation (b).

## 4.5 Modélisation des essais de fluage à sauts de contrainte et de fluage alterné

Cette section présente l'utilisation du modèle de comportement macroscopique développé dans ce chapitre pour simuler les essais de fluage à sauts de contrainte et de fluage alterné présentés dans la section 3.4.

### 4.5.1 Fluage à sauts de contrainte

La figure 4.7 décrit et compare l'ensemble des prévisions du modèle en termes de fluage à sauts de contrainte. Les figures 4.7a, 4.7b, 4.7c et 4.7d concernent deux essais pour lesquels les décharges successives ont été de faible ampleur. Les figures 4.7e et 4.7f concernent la tentative de mise en évidence de fluage négatif.

#### Hésitation au fluage

La figure 4.7a illustre de nouveau la différence importante entre la déformation de fluage primaire observée et la déformation prévue par le modèle. La figure 4.7c permet de comparer la simulation et l'expérience en termes de vitesse de déformation. En plus des données des essais de fluage classiques à 650°C (ronds pleins pour l'expérience et ronds vides pour la modélisation), cette figure décrit les vitesses de déformation mesurées (carrés pleins) et simulées (carrés vides) au cours des deux essais de fluage réalisés avec sauts de contrainte (DIP). Pour le niveau de contrainte imposé en début d'essai, à savoir 365 MPa dans les deux cas, une différence sur les vitesses de déformation allant jusqu'à deux ordres de grandeur est observée. À cette contrainte, le modèle sous-estime la vitesse de déformation du matériau aux temps courts, et le matériau présente pour sa part une dispersion certaine. La diminution du niveau de chargement appliqué s'accompagne d'une diminution de la vitesse de déformation, aussi bien du point de vue expérimental que du point de vue de la modélisation. Ces tendances similaires conduisent à une diminution de l'écart entre modèle et expérience. On voit ainsi que la vitesse de fluage estimée par le modèle après une modification de charge conduisant à un niveau de contrainte de 340 MPa est très proche de la valeur expérimentale.

La figure 4.7b correspond à une observation détaillée des périodes de changement de charge prévues par le modèle. Une période d'hésitation au fluage pouvant atteindre plusieurs dizaines d'heures est observée pour chacun des deux essais et pour chaque changement de charge. La figure 4.7d permet de visualiser – en termes d'écrouissages – l'origine du délai  $\Delta t$  prévu par le modèle avant reprise de la déformation (dans le cas de l'essai 365 MPa  $\rightarrow$  340 MPa). Avant la diminution de charge, qui se produit à  $t = 66$  h, la période de fluage est caractérisée par une contrainte visqueuse très faible et une relaxation de l'écrouissage  $X_1$  principalement compensée par l'augmentation de la variable d'écrouissage  $X_2$ . La diminution de la contrainte n'entraînant pas de déformation plastique, il n'y a pas d'écrouissage durant la décharge. Il n'y en a pas non plus juste après la phase de décharge puisque le niveau de contrainte est désormais situé à l'intérieur du domaine d'élasticité. Du fait de l'existence d'un terme de restauration, l'écrouissage cinématique  $X_1$  entraîne un déplacement du domaine d'élasticité vers les faibles contraintes. Le temps d'hésitation au fluage  $\Delta t$  correspond au temps nécessaire pour que le déplacement du

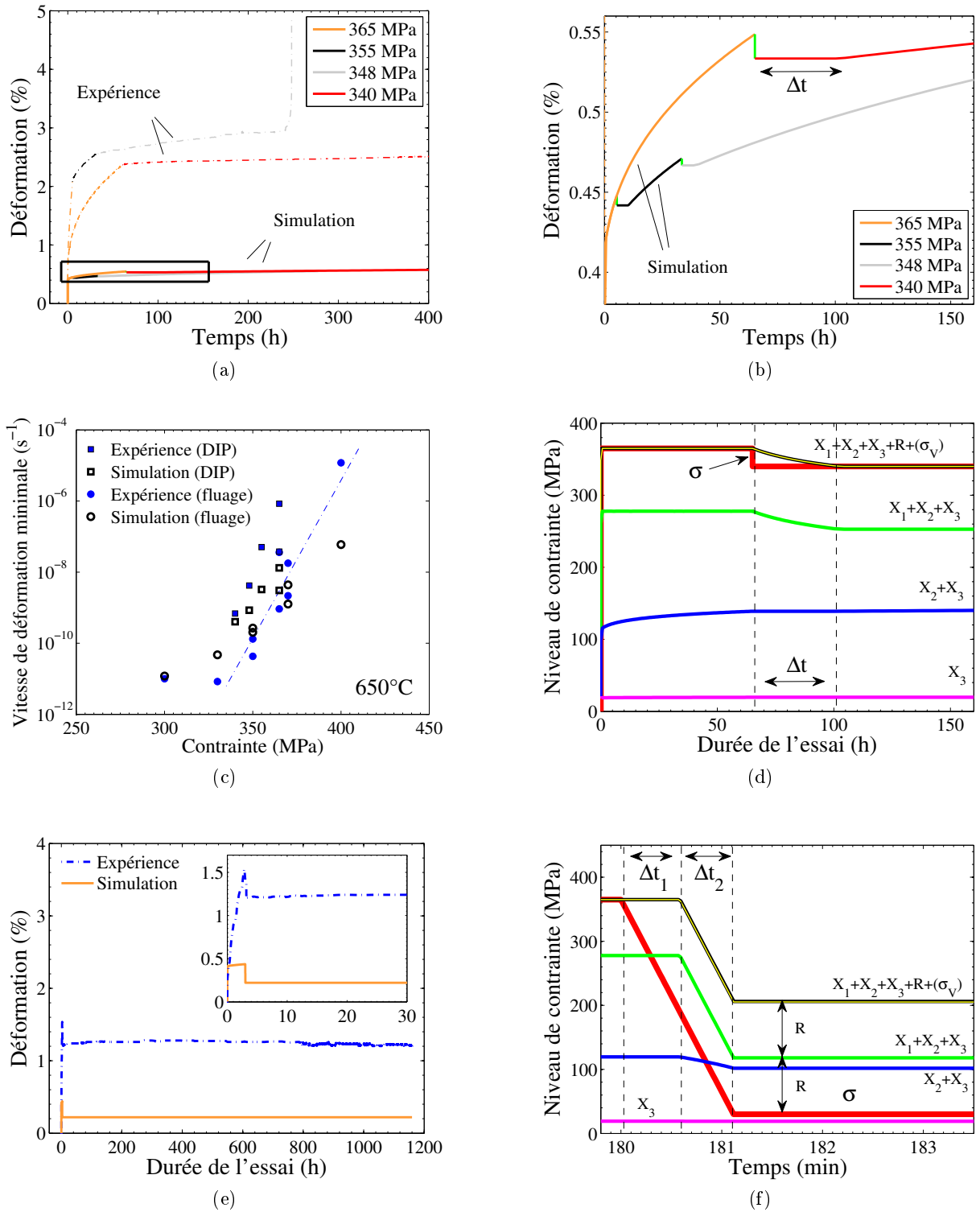


FIGURE 4.7 – Simulations d'essais de fluage à sauts de contrainte à 650°C avec le modèle de comportement macroscopique uniaxial. Essais 365 MPa  $\rightarrow$  355 MPa  $\rightarrow$  348 MPa et 365 MPa  $\rightarrow$  340 MPa (a,b,c,d) et essai 365 MPa  $\rightarrow$  30 MPa (d,e).

domaine d'élasticité conduise à replacer le niveau de contrainte  $\sigma$  à la limite supérieure de ce domaine.

Comme cela a été évoqué dans le chapitre précédent, aucune hésitation au fluage n'a été observée expérimentalement. Le modèle développé prévoit au contraire l'observation d'un temps de latence. On peut en conclure que la restauration de l'écrouissage cinématique prévue par le modèle n'est pas assez rapide, au moins dans une phase initiale. Ceci va dans le sens de l'observation d'une relaxation initiale très rapide durant les essais de relaxation. L'observation d'une hésitation au fluage est par ailleurs rendue délicate par les faibles niveaux de déformation mis en jeu ainsi que par le bruit de mesure du dispositif de fluage. Les simulations des essais de fluage à sauts de contrainte réalisées avec le modèle macroscopique développé, qui rendent par ailleurs compte d'une similitude entre vitesses de déformation successives mesurées et simulées, ne sont pas contraires à l'expérience.

### Fluage négatif

De manière analogue à ce qui a été observé précédemment, la déformation de fluage primaire prévue par le modèle pour une phase de fluage à 650°C et 365 MPa est largement sous-estimée. Ceci est une nouvelle fois visible sur la figure 4.7e qui compare l'évolution de la déformation au cours du temps pour un essai de fluage à saut de contrainte 365 MPa  $\rightarrow$  30 MPa. Le suivi de la déformation sur une durée de 1200 h après la décharge avait montré une stabilité de la déformation, celle-ci n'évoluant pas au-delà de  $\pm 0,05\%$ . Le modèle prévoit pour sa part un arrêt total de fluage, et donc l'absence de fluage négatif. Là encore, le modèle apparaît en bon accord avec l'expérience. Le suivi de l'évolution des écrouissages au cours du temps proposé dans la figure 4.7f montre que la phase de décharge, qui se déroule à une vitesse de  $-5 \text{ MPa} \cdot \text{s}^{-1}$ , est divisée en deux parties. Durant un temps  $\Delta t_1$  se produit la décharge purement élastique, durant laquelle les écrouissages n'évoluent pas<sup>a</sup>. La seconde phase, d'une durée  $\Delta t_2$ , débute lorsque le domaine d'élasticité a été complètement traversé. Elle correspond à une déformation à vitesse de contrainte imposée qui se traduit par une plasticité en compression du matériau. Les variables d'écrouissage diminuent plus ou moins rapidement selon leurs caractéristiques (valeur du coefficient  $D_i$ ). Après cette décharge en contrainte, la contrainte appliquée  $\sigma$  se retrouve en limite inférieure du domaine d'élasticité ( $X_1 + X_2 + X_3 - R$ ). Le fluage s'arrête et ne peut reprendre car la restauration attendue du terme  $X_1$ , dont le signe est toujours positif, va au contraire mener la contrainte  $\sigma$  à l'intérieur du domaine d'élasticité.

#### 4.5.2 Fluage alterné en traction / compression

Le dépouillement de l'essai alternant des phases de fluage en traction et en compression a mis en évidence une dissymétrie de comportement, le fluage en compression ayant lieu à une vitesse de déformation apparemment bien plus rapide que le fluage en traction. Cette observation a conduit à s'interroger sur le rôle de la déformation plastique cumulée et sur une éventuelle asymétrie du domaine d'élasticité initial, sans pouvoir conclure. La simulation de cet essai apporte un nouvel éclairage.

---

a. en théorie l'écrouissage  $X_1$  subit une restauration partielle, mais celle-ci est largement négligeable du fait du temps court dont il est question ici.

La figure 4.8 présente l'évolution de la vitesse de fluage en fonction du niveau de contrainte appliqué en distinguant les phases de traction et de compression. La figure 4.8a présente ces résultats dans le cas de l'essai simulé et la figure 4.8b dans le cas de l'expérience. Les vitesses de déformation prévues par le modèle sont généralement inférieures aux vitesses mesurées expérimentalement. En revanche, à l'image de ce qui est observé expérimentalement, le modèle prévoit un fluage en compression globalement plus rapide. Aucune dissymétrie du domaine d'élasticité entre traction et compression n'étant prise en compte dans la modélisation, cette observation permet de conclure que la différence observée expérimentalement entre vitesse de fluage en traction et vitesse de fluage en compression s'explique par un effet de l'historique du chargement sur l'évolution des variables d'écrouissage cinématique (effet Baushinger).

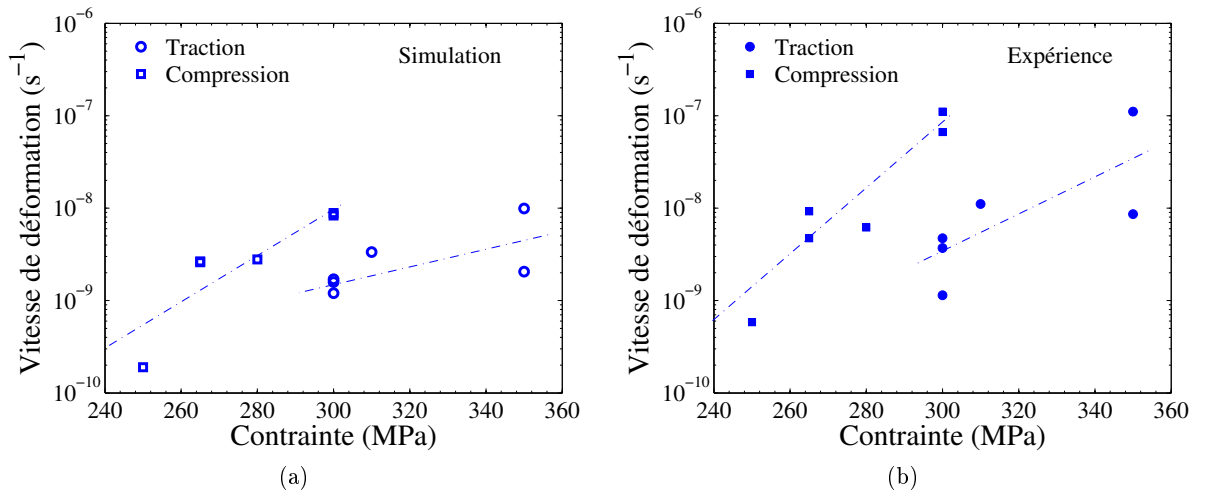


FIGURE 4.8 – Vitesses de déformation de fluage mesurées au cours de l'essai de fluage alterné. (a) Modèle macroscopique uniaxial. (b) Mesures expérimentales.

## 4.6 Ajout d'un critère de rupture en fluage

Le modèle de comportement présenté dans ce chapitre rend compte des essais mécaniques réalisés sur la nuance ODS J05 dans la direction longitudinale. Il permet notamment de décrire l'évolution de la vitesse de déformation au cours d'un essai de fluage. Afin de déduire de cette information une estimation de la durée de vie en fluage du matériau, il est intéressant de combiner la relation  $\dot{\epsilon}_p = f(t)$  qui s'établit au cours du fluage avec la relation empirique de Monkman-Grant,  $\dot{\epsilon}^\alpha t_r = \text{constante}$ , identifiée à partir des ruptures en fluage. Pour un essai de fluage simulé, il est alors possible de déterminer l'instant  $t_r$  pour lequel la rupture est susceptible de se produire. La relation de Monkman-Grant déduite des essais réalisés à 650°C est la suivante :

$$\dot{\epsilon}^{0,6761} t_r = 3,10$$

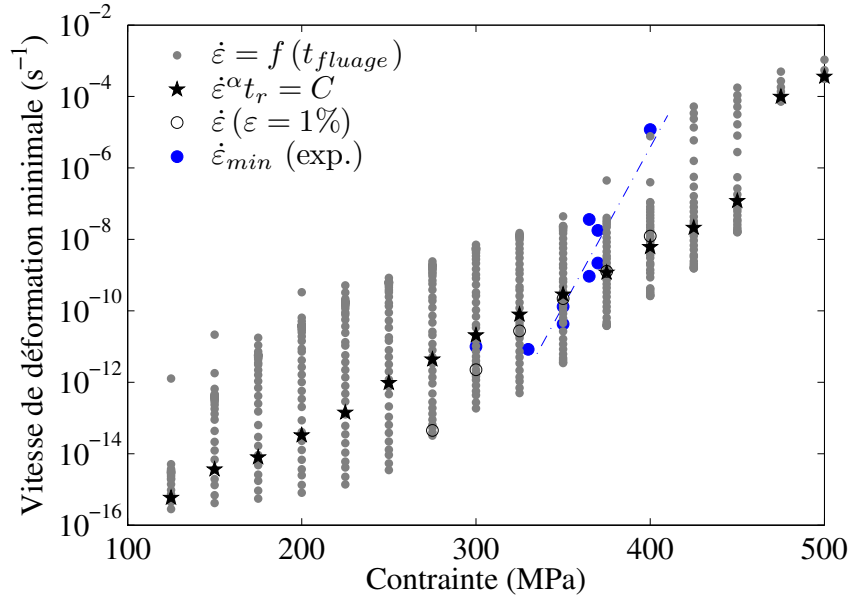


FIGURE 4.9 – Évaluation de la vitesse minimale de fluage en utilisant le modèle macroscopique ainsi que deux critères de rupture empiriques. Les données expérimentales proviennent des nuances J05 (fluage en traction à 650°C).

La figure 4.9 décrit les résultats obtenus. Pour chaque essai de fluage simulé à un niveau de contrainte donné, la diminution de la vitesse de déformation entre les temps  $t = 120$  s et  $t = 10^{11}$  s  $\sim 3200$  ans est représentée. Aux fortes contraintes, la vitesse de déformation atteint une vitesse minimale, décrivant un fluage stationnaire. Aux plus faibles contraintes, la vitesse de fluage tend vers zéro et ne cesse donc de diminuer (voir annexe B.5.1). Pour chaque essai, une étoile symbolise le couple  $(\dot{\epsilon}, t_r)$  vérifiant l'équation de Monkman-Grant expérimentale.

L'utilisation de ce critère conduit approximativement à une droite correspondant à un exposant  $n \sim 10$  dans un diagramme de Norton. Il ne permet donc pas de reproduire l'inflexion qui a été identifiée aux faibles contraintes. Ces résultats peuvent être comparés à ceux obtenus par Brandes *et al.* [Brandes *et al.*, 2012] en utilisant une version modifiée du modèle de fluage ARW (cf figure 1.33b). Il y a deux différences principales entre les modèles de la littérature basés sur les travaux de Arzt-Rösler-Wilkinson et le modèle introduit dans ce chapitre. Tout d'abord, les premiers ne décrivent pas d'évolution de l'écrouissage du matériau et ne sont donc pas en mesure de tracer une courbe de comportement du matériau. La seconde différence importante réside dans les équations retenues pour décrire l'évolution de la vitesse de déformation plastique. Les modèles de la littérature se basent sur une loi exponentielle, alors que le glissement viscoplastique utilisé ici fait intervenir une loi en sinus hyperbolique. Aux très faibles contraintes, le premier type de loi sature à une vitesse donnée alors qu'aucune vitesse de déformation minimale n'est présente dans le second cas. Ce point explique les tendances opposées décrites par les deux types de modèles aux faibles contraintes. Si, comme on pourrait le supposer, un exposant 1 correspon-



dant à des mécanismes diffusionnels était attendu aux très faibles contraintes, aucun des modèles présentés ici ne serait en mesure d'en rendre compte. L'ajout d'une seconde loi de glissement traduisant l'existence d'un second mécanisme de déformation pourrait alors s'avérer nécessaire [Provendier-Aubourg, 1994, Trego, 2012].

Un autre type de critère est également illustré dans la figure 4.9. Il s'agit d'un critère de rupture en déformation. Les cercles qui apparaissent sur certaines courbes ont été définis en retenant arbitrairement une valeur de déformation à rupture  $\varepsilon_r = 1\%$ . Aux faibles contraintes, une telle déformation n'est jamais atteinte dans le temps simulé. Aux fortes contraintes, cette déformation est atteinte soit pendant le chargement, soit pendant les toutes premières secondes du fluage, d'où l'absence de symbole sur la figure 4.9.

## 4.7 Conclusion

Ce quatrième chapitre s'est intéressé à la modélisation du comportement mécanique longitudinal de la nuance ODS 14Cr étudiée. L'objectif de cette démarche de modélisation est de parvenir à reproduire le comportement mécanique du matériau le plus précisément possible, en apportant si possible un éclairage nouveau sur les mécanismes de déformation mis en jeu dans ce type d'acier. Le modèle développé permet d'alimenter la discussion autour des phénomènes physiques à l'œuvre au sein des aciers ODS. Les principaux résultats obtenus à l'aide de ce modèle sont rappelés ici.

- La mise en place d'une modélisation purement analytique afin de reproduire l'évolution avec la température de la limite d'élasticité de la nuance étudiée a montré l'impossibilité d'identifier tel mécanisme plutôt que tel autre par ce biais. Elle a en revanche permis de mettre en évidence l'évolution avec la température du durcissement des aciers ODS, en accord avec les observations de MET *in-situ* disponibles dans la littérature.
- Un modèle de comportement a été développé. Baser une telle modélisation sur l'évolution de la densité de dislocations – comme cela est usuellement rencontré dans la littérature pour modéliser le comportement des matériaux métalliques – s'est avéré en opposition avec les résultats expérimentaux. Ce type de modèle est en effet inadapté au cas des aciers ODS du fait de la prépondérance de la contribution cinématique à la contrainte d'écoulement.
- Modifié par l'introduction d'un écrouissage cinématique dont l'évolution est décrite de manière phénoménologique, le modèle s'est avéré en mesure de reproduire le comportement en traction et en fatigue du matériau à haute température. Trois contributions cinématiques se sont révélées nécessaires afin de décrire respectivement la limite d'élasticité apparente élevée du matériau, la boucle de fatigue stabilisée ainsi que l'écrouissage modéré en traction au-delà de 1% de déformation.
- L'ajout d'un unique terme de restauration statique a permis de reproduire les phénomènes dépendant du temps tels que le fluage et la relaxation. La modélisation d'essais de fluage à sauts de contrainte et de fluage alterné en traction et compression n'a pas mis en défaut le modèle. Par ailleurs, la différence entre vitesses de fluage en traction et vitesses de fluage en compression relevée par le biais de l'essai de fluage alterné a pu être expliquée par l'utilisation de ce modèle. Elle est due à l'histoire du chargement mécanique.

- 
- Au-delà de sa simplicité de mise en œuvre et de ses prévisions raisonnables pour des sollicitations radicalement différentes, le modèle introduit dans ce chapitre peut s'avérer un outil utile dans la détermination de la durée de vie des aciers ODS. Ceci nécessite cependant la détermination d'un critère de rupture plus précis que ceux évoqués en exemple dans ce chapitre.



## Chapitre 5

# Caractérisation mécanique de l'anisotropie de comportement

### Sommaire

---

<b>5.1</b>	<b>Anisotropie en traction de la nuance J05 . . . . .</b>	<b>152</b>
5.1.1	Anisotropie en contrainte . . . . .	154
5.1.2	Anisotropie de rupture . . . . .	154
5.1.3	Anisotropie en déformation plastique . . . . .	155
5.1.4	Influence de la vitesse de sollicitation . . . . .	158
5.1.5	Endommagement . . . . .	159
<b>5.2</b>	<b>Discussion . . . . .</b>	<b>165</b>
5.2.1	Anisotropie des ODS ferritiques . . . . .	165
5.2.2	Lien entre anisotropie et microstructure . . . . .	168
<b>5.3</b>	<b>Conclusion . . . . .</b>	<b>171</b>

---

Les chapitres 3 et 4 du présent mémoire se sont attachés à décrire les travaux de caractérisation mécanique et de modélisation du comportement mécanique longitudinal de la nuance ODS 14Cr J05. La microstructure du matériau est anisotrope (cf. 2.3), et de nombreux travaux de la littérature font état de l'anisotropie de comportement des nuances ODS ferritiques, en fluage (cf. 1.4.1) comme en traction (1.4.2). Les sollicitations longitudinales effectuées jusqu'à présent ne sont pas représentatives du chargement en pression interne d'une gaine de combustible. Pour effectuer une sollicitation en pression interne, il est nécessaire d'usiner une éprouvette tubulaire dans la nuance J05, élaborée sous forme d'une barre ronde. Cette option n'a pas été retenue, entre autres du fait de la perte de matière associée. En revanche, la géométrie de la barre J05 permet de caractériser l'anisotropie mécanique de cette nuance. C'est l'objet du présent chapitre.

## 5.1 Anisotropie en traction de la nuance J05

L'anisotropie des propriétés de la nuance ODS J05 a été étudiée en se basant uniquement sur la réalisation d'essais de traction. En plus d'éprouvettes prélevées parallèlement à la direction d'extrusion, des prélèvements à 45° et à 90° de cette dernière ont été réalisés. La figure 5.1 décrit les trois directions de prélèvement et rappelle la géométrie des éprouvettes utilisées.

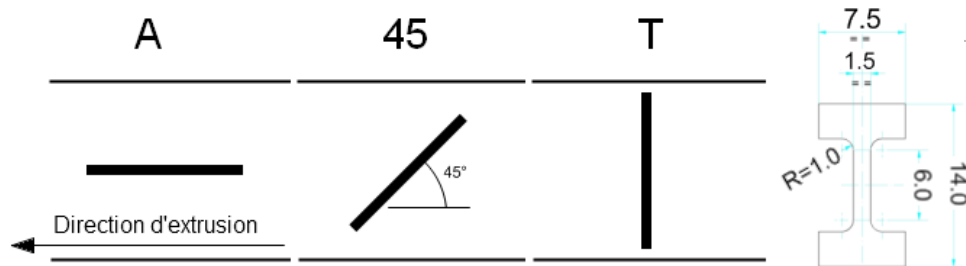


FIGURE 5.1 – Schéma illustrant les trois directions de prélèvement des éprouvettes et dimensions des éprouvettes de traction. Dimensions en millimètres. Epaisseur : 0,75 mm.

Les courbes des essais de traction réalisés à la vitesse  $10^{-3} \text{ s}^{-1}$  sont regroupées par température et présentées dans la figure 5.2. Certains essais ont été doublés. Les courbes en pointillés également intégrées à ces différents graphiques correspondent aux essais réalisés dans la direction longitudinale sur d'autres géométries d'éprouvettes : éprouvettes à section carrée  $2 \text{ mm} \times 2 \text{ mm}$  ou cylindrique  $D_u = 3 \text{ mm}$ . Ces géométries sont définies dans l'annexe D.

L'observation des courbes de traction de la figure 5.2 montre que le choix de la direction de sollicitation affecte le comportement du matériau à la fois en termes de résistance mécanique et de ductilité. Dans ce mémoire, ces deux aspects de l'anisotropie sont dénommés respectivement anisotropie *en contrainte* et anisotropie *de rupture*. Ils sont analysés ci-dessous avec un troisième aspect, à savoir l'anisotropie *en déformation*.

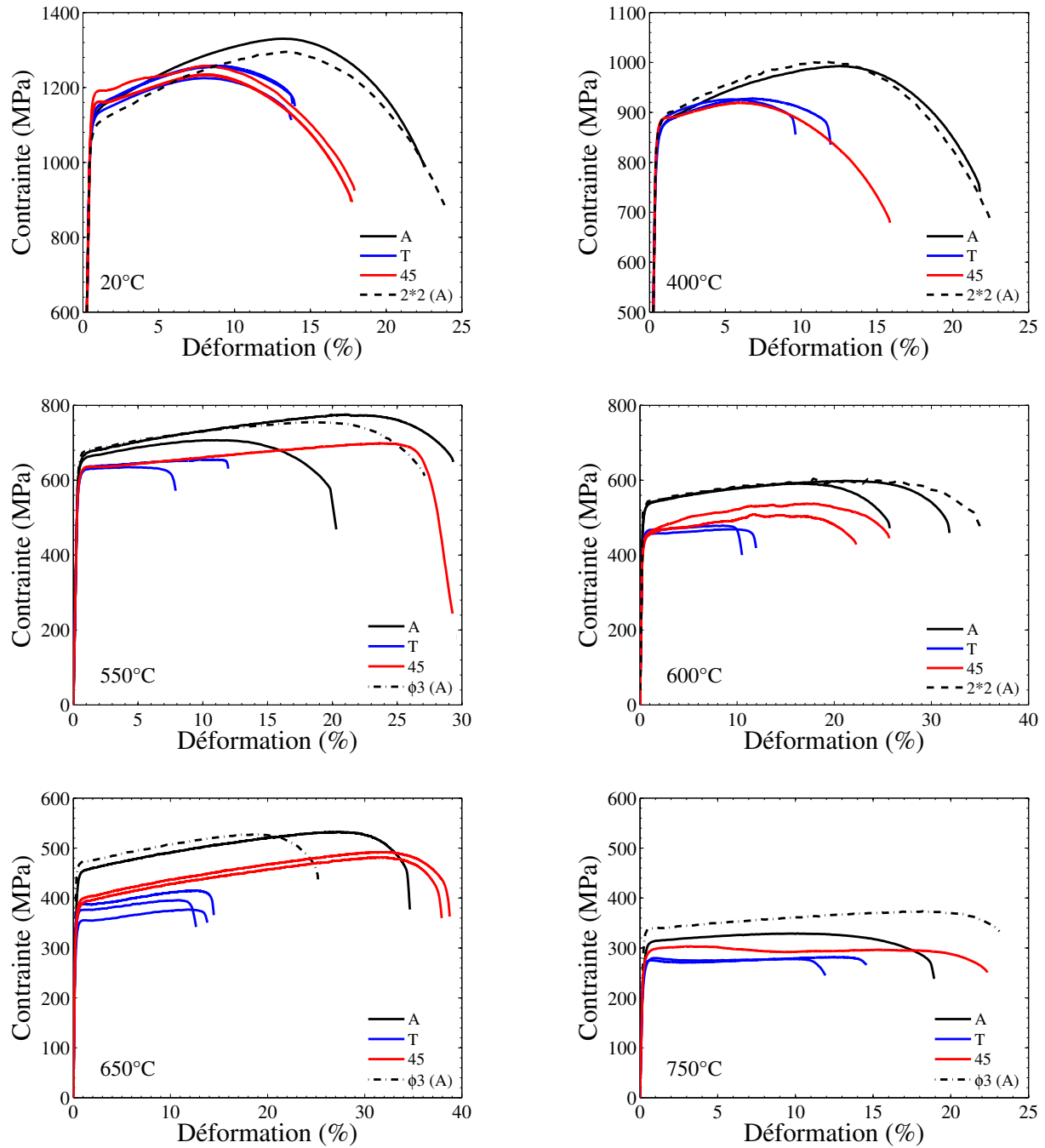


FIGURE 5.2 – Anisotropie de comportement en traction de la nuance J05 entre 20°C et 750°C. Sollicitations à 0° (A), 45° (45) et à 90° (T) de la direction d'extrusion. Vitesse de sollicitation imposée :  $10^{-3} \text{ s}^{-1}$ . Certains essais longitudinaux ont été réalisés sur éprouvettes carrées (2\*2) ou cylindriques ( $\phi 3$ ). Les courbes de traction représentent l'évolution de la contrainte rationnelle en fonction de la déformation conventionnelle.

### 5.1.1 Anisotropie en contrainte

L'anisotropie en contrainte caractérise l'anisotropie du matériau en termes de limite d'élasticité et de résistance maximale à la traction. Les figures 5.3a et 5.3b décrivent l'évolution de ces deux grandeurs en fonction de la direction de sollicitation du matériau et de la température. À 20°C et 400°C, la limite d'élasticité est peu influencée par la direction de sollicitation. Un écrouissage plus prononcé dans la direction longitudinale explique une différence en termes de résistance maximale. Cette différence reste inférieure à 10%. Au-delà de 400°C, la limite d'élasticité longitudinale  $R_{p0.2\%}^A$  apparaît supérieure aux limites d'élasticité  $R_{p0.2\%}^T$  et  $R_{p0.2\%}^{45}$  mesurées dans les deux autres directions. L'écart atteint 20% à 650°C. La figure 5.3b montre que l'écart entre les directions longitudinale et à 45° augmente légèrement en termes de résistance maximale, puisqu'il atteint 25%. Ceci s'observe notamment sur les courbes de traction à 650°C de la figure 5.2 et s'explique à la fois par une différence d'écrouissage et d'allongement réparti. La résistance  $R_m^{45}$  reste quant à elle supérieure à 90% de la résistance longitudinale  $R_m^A$ .

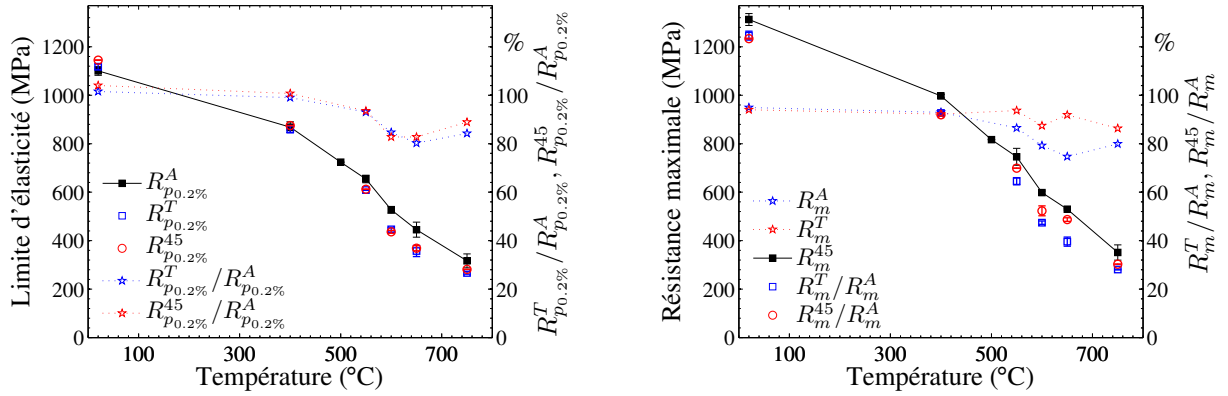


FIGURE 5.3 – Anisotropie en contrainte de la nuance J05. Évolution de la limite d'élasticité (a) et de la résistance maximale (b) de la nuance J05 en traction en fonction de la température pour des sollicitations axiale, transverse et à 45°. Les évolutions relatives des grandeurs transverse et à 45° par rapport à la grandeur axiale sont également présentées.

### 5.1.2 Anisotropie de rupture

L'anisotropie de rupture caractérise l'influence de la direction de sollicitation sur la déformation finale des éprouvettes de traction. Les courbes de traction présentées dans la figure 5.2 montrent qu'il y a bien une différence d'allongement à rupture entre les trois directions de chargement. La figure 5.4a résume ces observations en présentant l'évolution de l'allongement à rupture en fonction de la température pour les trois orientations d'éprouvettes. Une hiérarchie marquée entre directions de sollicitation apparaît à basse température (20°C-400°C) : la ductilité longitudinale est supérieure à la ductilité à 45° qui est elle-même supérieure à la ductilité transverse. À plus haute température, la ductilité transverse reste comprise entre 5% et 15%, et apparaît ainsi

de 2 à 3 fois plus faible que la ductilité longitudinale. À l'inverse, au-delà de 400°C, l'allongement à rupture des éprouvettes prélevées à 45° de la direction d'extrusion devient aussi important que l'allongement longitudinal. Les deux présentent un pic entre 600°C et 650°C.

La figure 5.4b permet de comparer la rupture dans différentes directions vis-à-vis de la striction des éprouvettes. Les éprouvettes axiales et à 45° présentent des réductions d'aire à rupture très similaires sur toute la plage de températures explorée. La striction est relativement prononcée en dessous de 400°C ( $\sim 60\%$ ) et diminue à plus haute température pour représenter entre 30% et 50%. La striction des éprouvettes transverses est nettement réduite. À 20°C, elle n'est que de 40%. Elle décroît avec l'augmentation de la température pour se stabiliser vers 15% au-delà de 500°C.

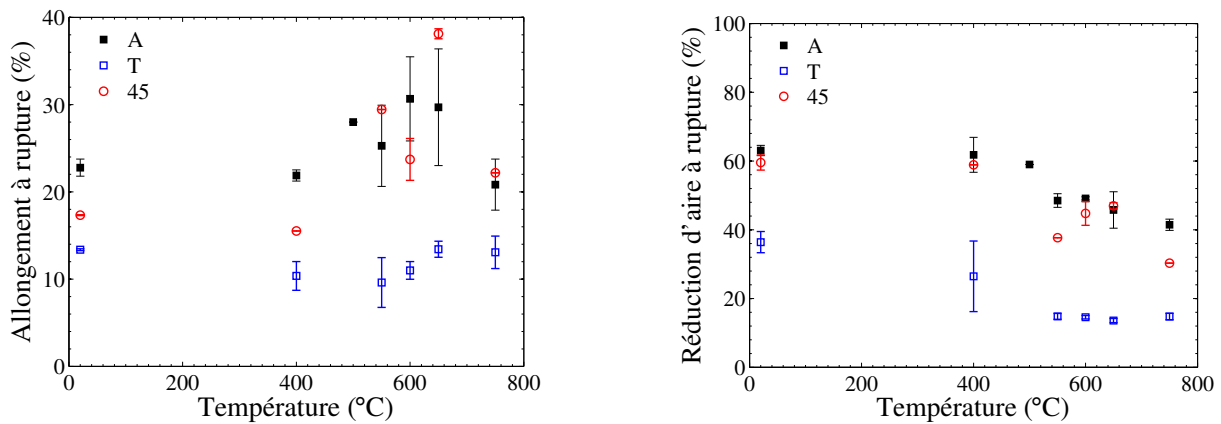


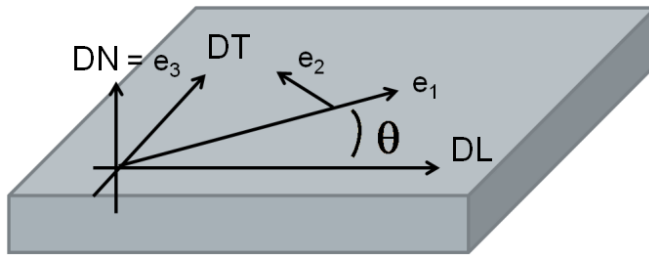
FIGURE 5.4 – Anisotropie de rupture de la nuance J05. Évolution de l'allongement à rupture (a) et de la réduction d'aire à rupture (b) de la nuance J05 en fonction de la température pour des sollicitations axiale, transverse et à 45°.

### 5.1.3 Anisotropie en déformation plastique

Une autre manière d'évaluer l'anisotropie d'un matériau est de caractériser son anisotropie en déformation plastique. Ceci est généralement fait en déterminant le coefficient de Lankford, qui est le rapport des vitesses de déformations plastiques dans deux directions orthogonales à la direction de sollicitation (et orthogonales entre elles). La figure 5.5 illustre cette définition pour l'étude de l'anisotropie de tôles laminées, généralement destinées à l'emboutissage.

Pour chaque essai de traction réalisé sur la nuance J05, le coefficient de Lankford a été estimé, non pas à partir des vitesses de déformation plastique, mais à partir des déformations plastiques elle-mêmes. Pour cela, les déformations plastiques transverses des éprouvettes ont été mesurées *post-mortem*. Une détermination du profil des éprouvettes par analyse d'image a été mise en place. La figure 5.6 illustre cette méthode, dont la précision de mesure est de l'ordre de 10  $\mu\text{m}$ . Elle consiste à déterminer l'écart type en termes de niveaux de gris au voisinage de chaque pixel. Les maxima de cet écart-type au cours d'une traversée de l'image permettent de repérer les bords





Pour une sollicitation selon la direction  $\mathbf{e}_1$ ,

$$R_\theta = \frac{\varepsilon_{22}^p}{\varepsilon_{33}^p} \quad (5.1)$$

FIGURE 5.5 – Définition du coefficient de Lankford dans le cas d'une tôle laminée. DL = Direction de Laminage, DT = Direction Transverse et DN = Direction Normale.

de l'éprouvette, et donc d'en déterminer les dimensions.

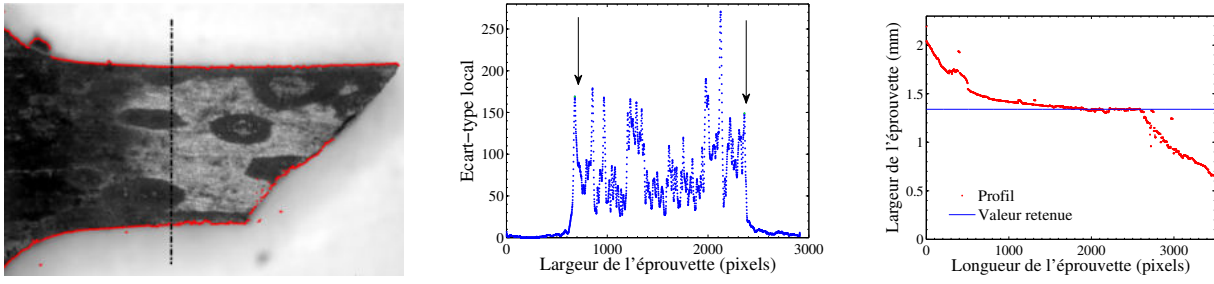


FIGURE 5.6 – Méthode de mesure des coefficients de Lankford. (a) Photo d'une éprouvette avec repérage de son contour, (b) profil d'écart-type correspondant aux pointillés dans (a) et (c) profil dimensionnel de l'éprouvette. 1 pixel = 0,8 µm.

Les expressions des coefficients de Lankford dans le cas d'éprouvettes sollicitées à 650°C sont rapportées dans la figure 5.7.

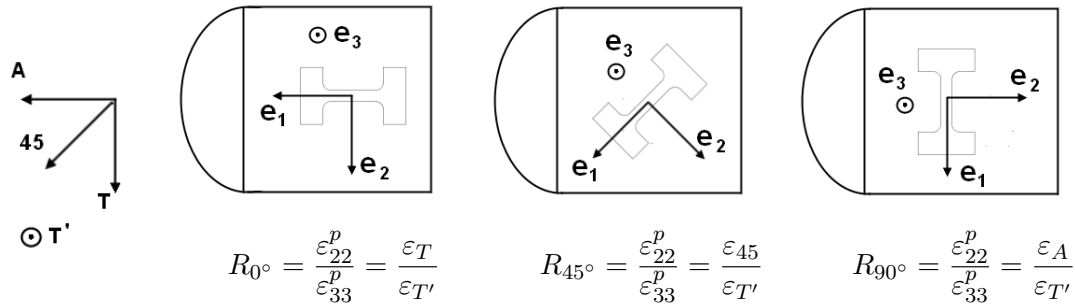


FIGURE 5.7 – Définitions des coefficients de Lankford pour des éprouvettes prélevées à 0°, 45° et 90° de la direction longitudinale de la barre J05.

La figure 5.8 présente les valeurs des coefficients  $R_{0^\circ}$ ,  $R_{45^\circ}$  et  $R_{90^\circ}$  déterminées en fonction de la température sur l'ensemble des éprouvettes.

Elle permet notamment d'évaluer la dispersion des résultats, qui s'avère relativement importante. Celle-ci est liée d'une part à la dispersion expérimentale, et d'autre part à la précision de la technique de mesure par rapport aux dimensions initiales des éprouvettes. Il apparaît cependant que les coefficients  $R_{0^\circ}$ ,  $R_{45^\circ}$  et  $R_{90^\circ}$  restent respectivement de l'ordre de 1, supérieur à 1 et inférieur à 1. Ceci indique que la hiérarchie des déformations plastiques n'évolue pas avec la température. Les ordres de grandeur des coefficients  $R_{0^\circ}$ ,  $R_{45^\circ}$  et  $R_{90^\circ}$  identifiés à 650°C sont présentés dans le tableau 5.1.

$R_{0^\circ} \sim 1,0$	$R_{45^\circ} \sim 1,4$	$R_{90^\circ} \sim 0,3$
------------------------	-------------------------	-------------------------

Tableau 5.1 – Valeurs des coefficients de Lankford pour la nuance J05 à 650°C.

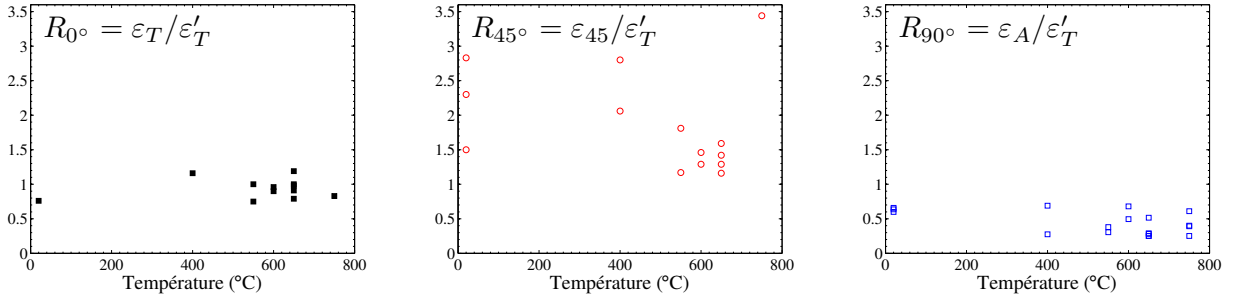


FIGURE 5.8 – Mesures des coefficients de Lankford en fonction de la température d'essai pour les éprouvettes sollicitées en traction à  $10^{-3} \text{ s}^{-1}$ .

Le fait de trouver une valeur  $R_{0^\circ}$  de l'ordre de l'unité va dans le sens attendu d'une isotropie transverse du matériau. Les valeurs des coefficients  $R_{45^\circ}$  et  $R_{90^\circ}$  marquent au contraire une importante anisotropie de déformation plastique à  $650^\circ\text{C}$ . Une valeur  $R_{45^\circ} = \varepsilon_{45} / \varepsilon'_T \sim 1,4$  signifie que parmi les déformations selon les deux directions orthogonales à la direction de sollicitation (en l'occurrence à  $45^\circ$ ), l'une (qui correspond à une déformation selon une direction à  $45^\circ$ ) est 1,4 fois plus importante que l'autre (qui correspond à une direction à  $90^\circ$  de la direction d'extrusion). De même, pour une sollicitation à  $90^\circ$  de la direction d'extrusion,  $R_{90^\circ} = \varepsilon_A / \varepsilon'_T \sim 0,3$  indique que la section de l'éprouvette se déforme beaucoup moins dans la direction d'extrusion que dans une direction transverse. Il apparaît ainsi que l'anisotropie plastique ne se déduit pas naturellement de l'anisotropie en contrainte. D'après cette dernière on pourrait en effet s'attendre à ce que l'éprouvette se déforme relativement moins dans la direction à  $45^\circ$  que dans la direction transverse, dont l'écroutissage est moins prononcé à  $650^\circ\text{C}$ .

#### 5.1.4 Influence de la vitesse de sollicitation

Des essais de traction ont également été réalisés à des vitesses de  $10^{-4} \text{ s}^{-1}$  et  $10^{-5} \text{ s}^{-1}$  sur des éprouvettes prélevées dans la direction transverse. Ces essais ont été réalisés à  $650^\circ\text{C}$  et  $750^\circ\text{C}$ . Les courbes obtenues sont présentées sur la figure 5.9.

La dépendance du comportement du matériau à la vitesse de sollicitation apparaît similaire à ce qui a pu être observé précédemment dans la direction longitudinale. Ainsi, la limite d'élasticité, la résistance maximale et la ductilité diminuent avec la diminution de la vitesse de sollicitation. L'évaluation de la sensibilité à la vitesse de déformation conduit à une sensibilité  $m$  qui vaut 0,05 à  $650^\circ\text{C}$  et 0,03 à  $750^\circ\text{C}$ . Ces valeurs sont très proches de celles mesurées dans la direction longitudinale (0,04 et 0,02). En termes de volume d'activation, cela correspond respectivement à  $130 \text{ b}^3$  et  $250 \text{ b}^3$ .

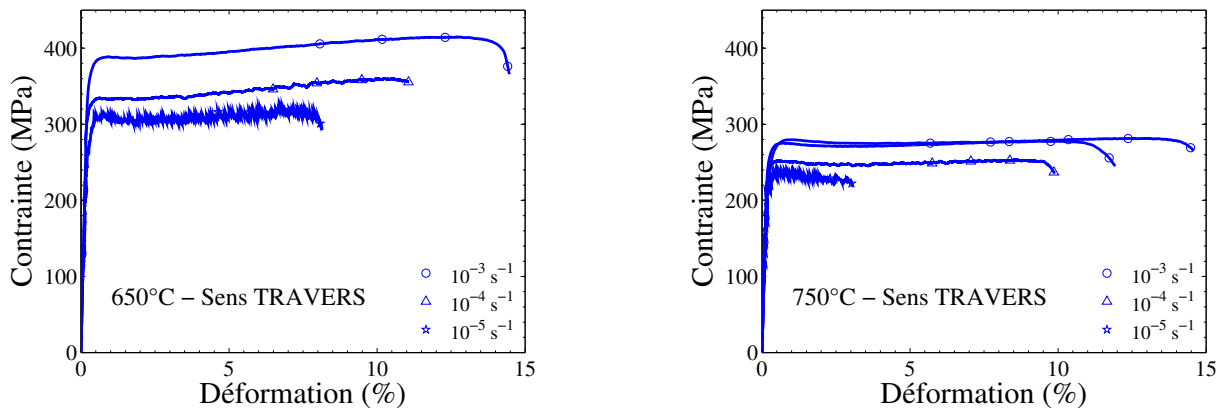


FIGURE 5.9 – Influence de la vitesse de sollicitation sur le comportement mécanique transverse de la nuance J05.

### 5.1.5 Endommagement

#### Faciès de rupture

Les faciès de rupture des éprouvettes prélevées dans une section transverse de la barre J05 ont été examinés au microscope électronique à balayage. Bien que ces faciès soient radicalement différents des faciès de rupture présentés à la section 3.6.1, la nature de l'endommagement observé s'avère similaire. La figure 5.10 présente le faciès de rupture d'une éprouvette transverse sollicitée à  $600^\circ\text{C}$  et  $10^{-3} \text{ s}^{-1}$ . Des zones de rupture clairement intergranulaire sont observées (cf. figures 5.10c et 5.10e). Ces zones ont un aspect bien différent de ce qui a été observé précédemment puisque l'orientation des grains par rapport au plan de rupture a changé. La direction d'extrusion, selon laquelle les grains sont allongés, est facilement discernable sur les micrographies de la figure 5.10, que ce soit à faible comme à fort grossissement. Les figures 5.10b et 5.10d indiquent que des zones de rupture ductile sont également présentes sur ce faciès de rupture. Ainsi, comme cela a été observé pour les éprouvettes longitudinales, deux endommagements de natures différentes coexistent à haute température.

La figure 5.11 montre que cette coexistence est également identifiée sur les éprouvettes prélevées à  $45^\circ$  de la direction d'extrusion.

#### Endommagement en volume

L'observation de coupes longitudinales d'éprouvettes transverses est illustrée par la figure 5.12. Très peu de cavités sont observées sous le faciès de rupture. Ceci est en accord avec la faible striction ( $\sim 15\%$ ) subie par ces éprouvettes. Ces cavités sont en grande majorité directement liées à la présence de particules riches en titane et/ou aluminium. La figure 5.12b montre que les chapelets que forment ces particules sont courbes, et non pas rectilignes comme observés sur des coupes parallèles à la direction d'extrusion. Ces courbes forment même des contours fermés dont

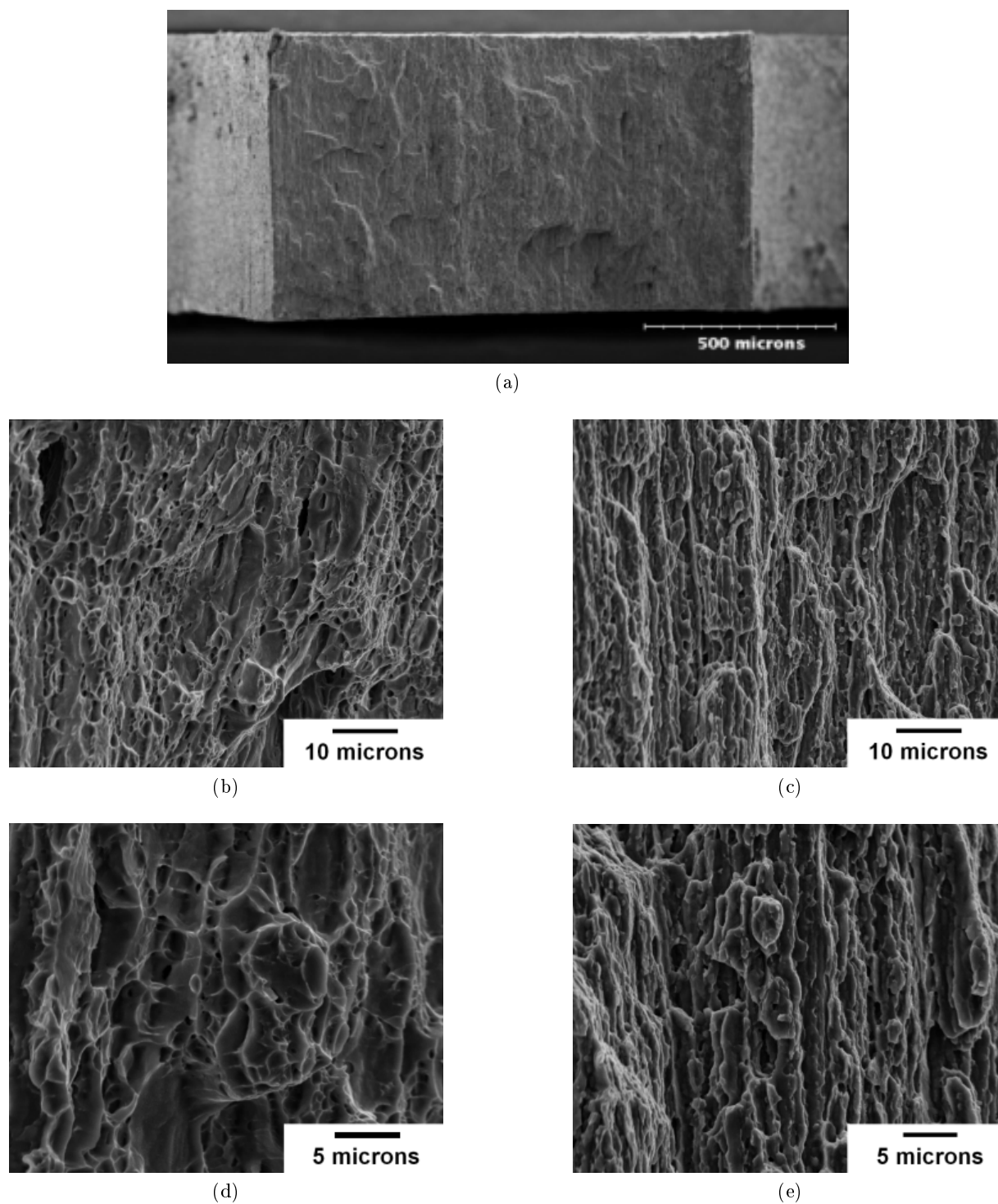


FIGURE 5.10 – Faciès de rupture d'une éprouvette de traction transverse sollicitée à  $600^{\circ}\text{C}$  et  $10^{-3} \text{ s}^{-1}$ . (a) vue d'ensemble du faciès. (b) et (d) zone d'aspect ductile. (c) et (e) zone d'aspect intergranulaire.

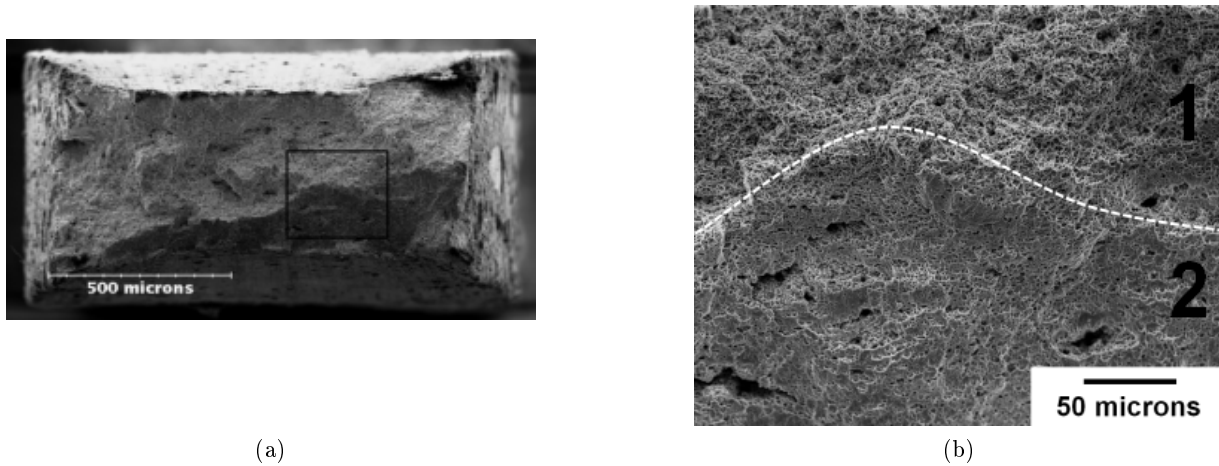


FIGURE 5.11 – Faciès de rupture d'une éprouvette de traction à 45° sollicitée à 650°C et  $10^{-3} \text{ s}^{-1}$ . (a) vue globale du faciès et (b) zoom mettant en évidence le changement de type d'endommagement. Zone d'endommagement intergranulaire (1) et zone d'endommagement ductile (2).

le diamètre atteint une dizaine de micromètres. Ces dimensions sont cohérentes avec celles de petits grains de poudre avant broyage ( $\sim 50 \mu\text{m}$ ) ayant subi un rapport de réduction de section de 13 au cours du filage, soit un rapport de réduction de diamètre de  $\sqrt{13} = 3,6$ . Ces contours semblent donc pouvoir être assimilés à d'anciens grains de poudre déformés au cours du filage.

### Orientation des surfaces de rupture

La figure 5.13 regroupe des observations des zones d'éprouvettes de traction rompues à 20°C, 550°C, 650°C et 750°C pour chacune des trois directions de sollicitation. Les observations correspondant aux éprouvettes longitudinales montrent que la surface de rupture est globalement perpendiculaire à l'axe de l'éprouvette, bien qu'une rupture par cisaillement semble être observée dans l'épaisseur de l'éprouvette. L'observation des éprouvettes prélevées à 45° de la direction d'extrusion conduit aux mêmes conclusions : faciès principalement perpendiculaire à la direction de sollicitation avec cependant un effet de cisaillement dans l'épaisseur de l'éprouvette. La rupture des éprouvettes transverses est en revanche nettement différente. Elle apparaît en effet principalement composée de surfaces à 45° de l'axe de sollicitation. Il apparaît que les plans de cisaillement maximal (à 45° de la sollicitation) sont également des plans dans lesquels la propagation d'une fissure est relativement facilitée. Dans le cas des éprouvettes transverses, les grains sont allongés perpendiculairement au plan des micrographies. Ceci confirme le rôle de la rupture intergranulaire tel qu'observé sur ces mêmes faciès de rupture. Des observations similaires ont été réalisées sur d'autres nuances ODS ferritiques [Alinger *et al.*, 2002, Serrano *et al.*, 2011]. Par ailleurs, le rôle de la morphologie des grains dans la rupture d'éprouvettes de résilience - responsable de la bifurcation des fissures - a été mis en évidence par Hadraba *et al.* [Hadraba *et al.*, 2011].

La figure 5.14 indique que la vitesse de sollicitation semble également avoir une influence sur

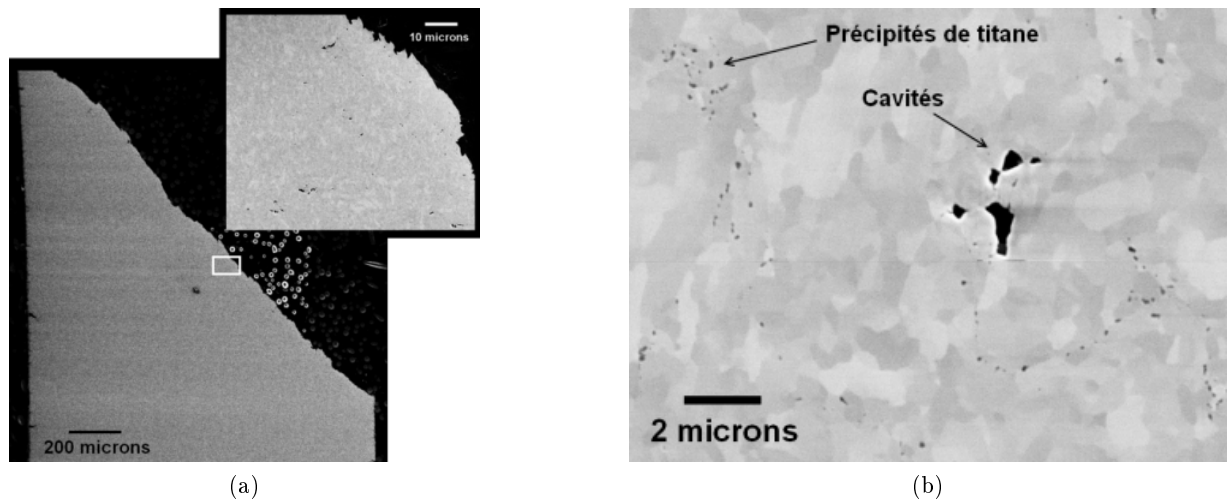


FIGURE 5.12 – Coupe longitudinale d’une éprouvette de traction transverse sollicitée à  $600^{\circ}\text{C}$  et  $10^{-3} \text{ s}^{-1}$ . La direction de sollicitation est verticale, la direction d’extrusion est horizontale. (a) Observation de la cavitation en sub-faciès et (b) mise en évidence de la relation entre gros précipités (de titane) et germination de cavités.

les profils de rupture de certaines éprouvettes. Il semble tout d’abord qu’il n’y ait pas d’effet d’une diminution de la vitesse de sollicitation sur la géométrie de rupture des éprouvettes longitudinales sollicitées à  $650^{\circ}\text{C}$ . En revanche, la rupture par cisaillement intergranulaire des éprouvettes transverses n’est pas mise en évidence à haute température ( $650^{\circ}\text{C}$  et  $750^{\circ}\text{C}$ ) et basse vitesse de sollicitation ( $10^{-4} \text{ s}^{-1}$  et  $10^{-5} \text{ s}^{-1}$ ).

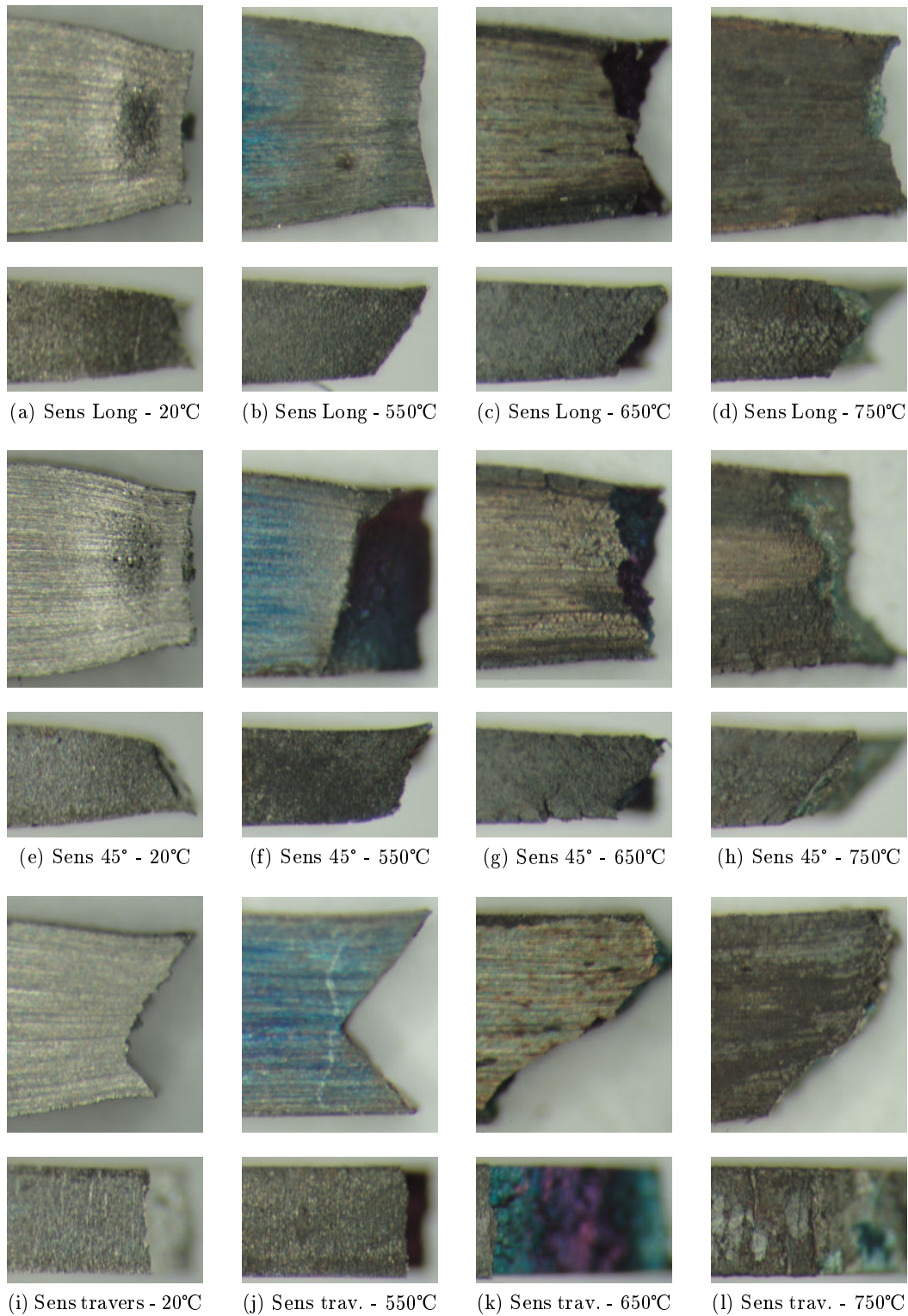


FIGURE 5.13 – Vues de profil des zones rompues d'éprouvettes de traction sollicitées en sens long (a,b,c,d), à 45° (e,f,g,h) et en sens travers (i,j,k,l) à  $10^{-3} \text{ s}^{-1}$ . Largeur initiale des éprouvettes : 1,5 mm. Épaisseur initiale des éprouvettes : 0,75 mm.



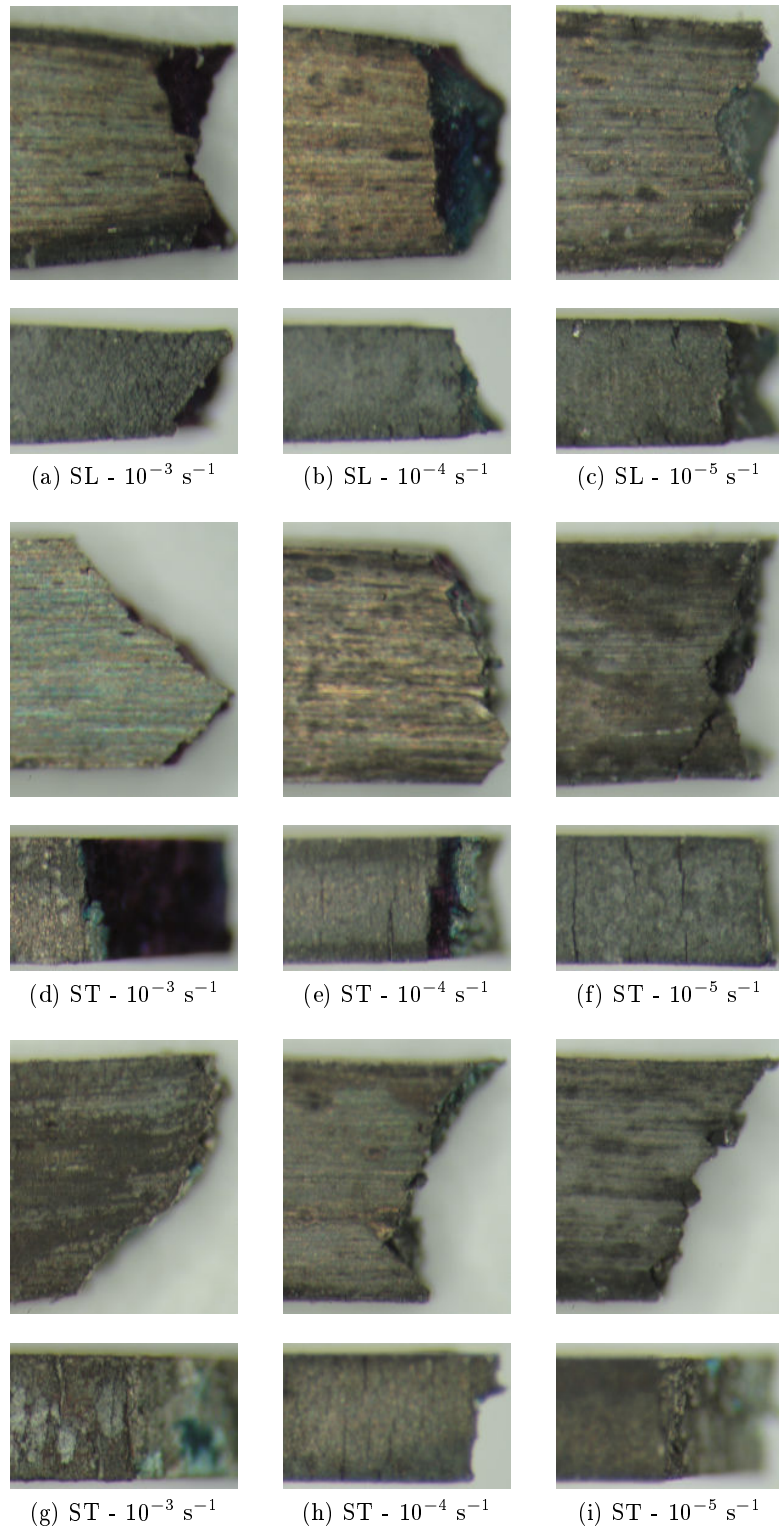


FIGURE 5.14 – Vues de profil des zones rompues d'éprouvettes de traction sollicitées en sens long à 650°C (a,b,c) et en sens travers à 650°C (d,e,f) et 750°C (g,h,i). Largeur initiale des éprouvettes : 1,5 mm. Épaisseur initiale des éprouvettes : 0,75 mm.

## 5.2 Discussion

### 5.2.1 Anisotropie des ODS ferritiques

#### Barres et produits pleins

Les essais de traction réalisés sur la nuance J05 ont permis de mettre en évidence (i) que le matériau est bien anisotrope en termes de résistance mécanique et de limite d'élasticité et (ii) que cette anisotropie évolue avec la température. En effet, la direction longitudinale apparaît plus *dure* que les deux autres directions au-delà de 500°C alors qu'aucune anisotropie n'est mise en évidence à température ambiante. Le tableau 5.2 réunit les résultats des caractérisations de l'anisotropie des ODS ferritiques disponibles dans la littérature. Les symboles reportés dans la seconde colonne indiquent pour chaque observation s'il y a ou non concordance avec les résultats obtenus sur la nuance J05.

Nuance		Sollicitation	Température	Observations
ODS 12Cr (plaque) [Okada <i>et al.</i> , 1996]	✓	Traction	400°C	$R_m^A \sim R_m^T$
	✗	Traction	650°C	$R_m^A \sim R_m^T$
	✓	Traction	750°C	$R_m^A > R_m^T$
	?	Fluage	650°C	$t_r^A > t_r^T$
	?	Fluage	750°C	$t_r^A > t_r^T$
ODS 12Cr (12YWT) [Sokolov <i>et al.</i> , 2007] voir figure 1.17	✗	Traction	20°C - 400°C	$R_p^T > R_p^A$
	✗	Traction	500°C - 650°C	$R_p^A \sim R_p^T$
	✓	Traction	700°C - 800°C	$R_p^A > R_p^T$
	✓	Traction	20°C	$A_t^A > A_t^T$
	✗	Traction	700°C	$A_t^T > A_t^A$
ODS 14Cr (J27) [Serrano <i>et al.</i> , 2011]	✓	Traction	20°C - 400°C	$R_p^A \sim R_p^T$
	✓	Traction	600°C - 700°C	$R_p^A > R_p^T$
	✓	Traction	20°C - 700°C	$A_t^A > A_t^T$
ODS 18Cr (F20 larget) [Ratti, 2009]	✗	Traction	20°C - 650°C	$R_p^A \sim R_p^T > R_p^{45}$
	✓	Traction	20°C, 650°C	$A_t^A > A_t^T$
	✗	Traction	20°C, 650°C	$A_t^{45} > A_t^A$
	?	Fluage	650°C	$t_r^L > t_r^{45} > t_r^T$
	?	Fluage	650°C	$\dot{\epsilon}_{min}^L < \dot{\epsilon}_{min}^{45} < \dot{\epsilon}_{min}^T$
ODS 19Cr [Kasada <i>et al.</i> , 2005]	✓	Traction	20°C	$R_p^A \sim R_p^T$
	✓	Traction	20°C	$A_t^A > A_t^T$
ODS 20Cr (MA956) [Whittenberger, 1981]	?	Traction	870°C - 1200°C	$R_m^A > R_m^T$
	?	Traction	870°C - 1200°C	$A_t^A > A_t^T$

Tableau 5.2 – Caractérisation de l'anisotropie de différentes nuances ODS ferritiques. Les symboles ✓ et ✗ indiquent respectivement un accord et un désaccord qualitatif avec la caractérisation de la nuance J05. Un point d'interrogation indique une absence de données concernant le J05 empêchant une comparaison directe.

D'après le tableau, 5.2, la caractérisation de la nuance 14Cr J27 conduit à des tendances identiques à celles mesurées sur la nuance J05. Ceci n'est pas surprenant car il s'agit d'une nuance consolidée à partir d'une poudre de même origine et de composition très proche de celles employées pour l'élaboration de la nuance J05. La différence majeure entre ces deux nuances est la géométrie de la filière utilisée au cours du filage : filière ronde de diamètre 21 mm pour la nuance J05 et de 36 mm pour la nuance J27. La comparaison avec une autre nuance, la nuance 18Cr F20, également élaborée au CEA, conduit à des tendances différentes. Cette nuance a été élaborée non pas sous forme de barre, mais de larget. Sa texture cristallographique (présentée dans la figure 1.11) et sa texture morphologique diffèrent donc de celles de la nuance J05 [Ratti, 2009]. Il s'agit cependant de la seule étude ayant caractérisé le matériau à 0°, 45° et 90° de la direction de filage. Une comparaison entre les courbes de traction des nuances J05 et F20 est présentée dans la figure 5.15. Pour les deux nuances, la direction longitudinale apparaît plus ductile que la direction transverse, et plus dure que la direction à 45°. En revanche, à 20°C comme à 650°C, les limites d'élasticité longitudinale et transverse de la nuance F20 sont similaires et la ductilité à 45° est la plus importante. Ces points diffèrent des conclusions issues de l'étude de la nuance J05.

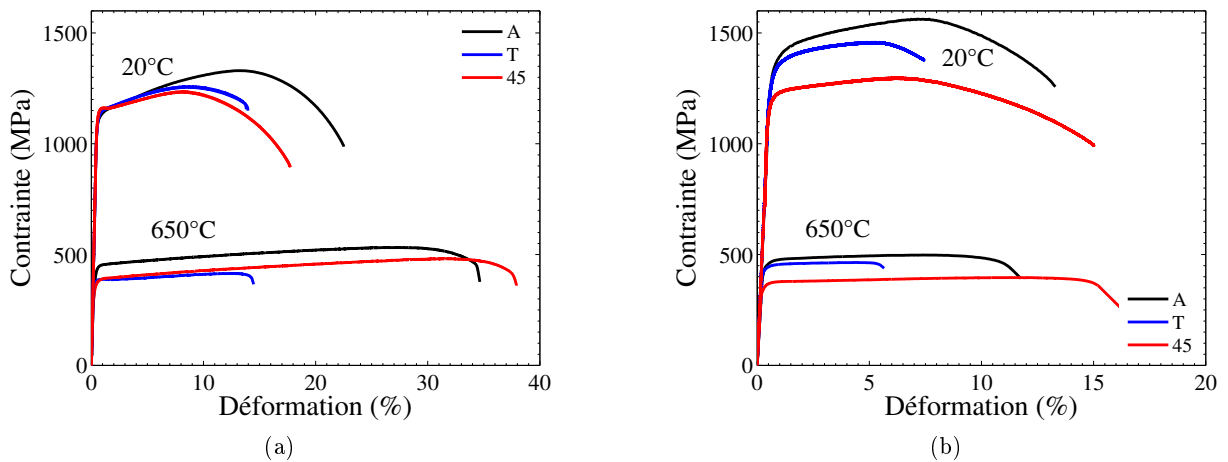


FIGURE 5.15 – Comparaison de l'anisotropie de comportement en traction à 20°C et 650°C des nuances (a) J05 (14Cr, barre) et (b) F20 (18Cr, larget), d'après [Ratti, 2009].

Il est clair d'après le tableau 5.2 que l'étude des données issues de la littérature ne permet pas de dégager de tendance unique qui serait caractéristique de l'anisotropie des nuances ODS ferritiques à grains fins possédant une texture morphologique marquée et une texture de fibre  $\langle 110 \rangle$  prononcée. Le manque d'étude systématique de ces propriétés, le manque de précisions sur les textures morphologiques et cristallographiques et surtout les différences en termes d'élaboration (barres rondes, produits laminés) participent à la difficulté d'identifier des caractéristiques générales. Il est cependant possible que, du fait de ces différences de procédés d'élaboration, ces caractéristiques générales n'existent tout simplement pas.

Un point particulier peut être souligné. Il apparaît en effet dans la plupart des études évoquées

dans le tableau 5.2 que l'anisotropie évolue avec la température, et même avec la vitesse de sollicitation. De ce point de vue, l'étude réalisée sur des nuances à 12Cr élaborées par compaction isostatique à chaud suivie de laminage à chaud est tout à fait intéressante [Okada *et al.*, 1996]. La figure 5.16 est tirée de ces travaux. Elle montre que l'anisotropie observée en traction et en fluage dépend de la température. Une augmentation de celle-ci favorise en effet l'anisotropie. Ceci correspond à ce qui a été observé sur la nuance J05, mais pas sur la nuance 12YWT, dont l'anisotropie de comportement a été présentée dans la figure 1.17. L'anisotropie dépend également de la vitesse de sollicitation. Elle n'est en effet pas observée en traction à 650°C (temps à rupture inférieurs à 10 h dans la figure 5.16a) mais est identifiée en fluage pour des vitesses de déformation inférieures (*i.e.* pour des temps à rupture plus importants).

La dépendance de l'anisotropie à la vitesse de sollicitation est également identifiée sur la nuance ODS 18Cr F20 élaborée sous forme de larget. Les résultats rapportés dans le tableau 5.2 montrent en effet qu'à 650°C les limites d'élasticité longitudinale et transverse sont identiques alors que le comportement en fluage dans la direction longitudinale à cette même température est nettement meilleur que dans la direction transverse [Ratti, 2009].

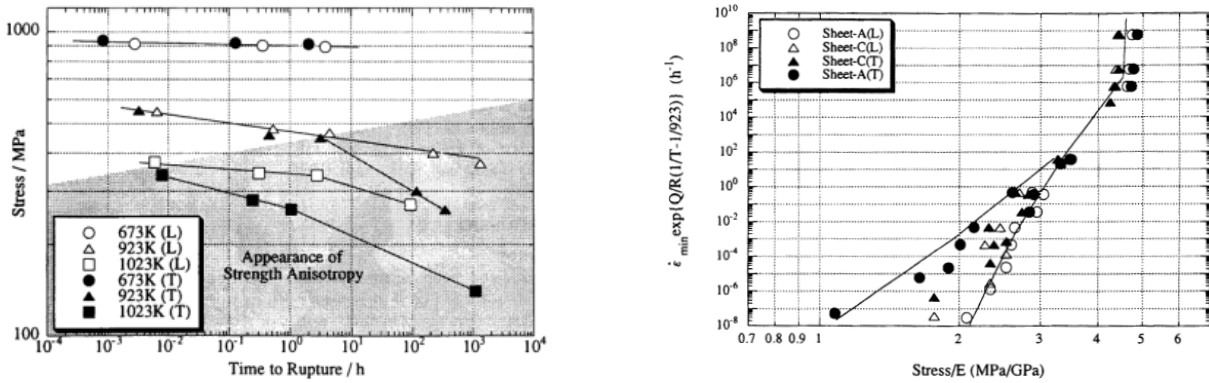


FIGURE 5.16 – Anisotropie relevée sur une nuance ferritique ODS 12Cr élaborée par compaction isostatique à chaud suivie d'étapes de laminage à chaud (nuance *sheet A*) [Okada *et al.*, 1996].

## Tubes

L'anisotropie de comportement des tubes fabriqués en nuances ODS ferritiques a été présentée dans le premier chapitre (voir section 1.4.1). La principale observation qui ressort des études disponibles à ce sujet est que la durée de vie en fluage est plus courte pour une sollicitation en pression interne [Ukai *et al.*, 1993a, Ukai *et al.*, 1998b, Salston et Odette, 2008]. Une caractérisation mécanique de tubes ferritiques non recristallisés élaborés au CEA a été menée en utilisant des éprouvettes permettant de réaliser des sollicitations longitudinales (éprouvette *tuile*) et des sollicitations circonférentielles (éprouvette *anneau*) [Toualbi, 2012]. Par rapport à une sollicitation longitudinale, une sollicitation circonférentielle conduit à une résistance mécanique inférieure quelle que soit la température de l'essai (20°C - 700°C). Cet écart atteint jusqu'à

50% à haute température. Par ailleurs, l'allongement circonférentiel apparaît bien inférieur à l'allongement longitudinal à basse température, la différence s'amenuisant avec l'augmentation de la température.

### 5.2.2 Lien entre anisotropie et microstructure

Il est naturel d'établir un lien entre, d'une part, l'anisotropie de la microstructure des nuances ODS ferritiques, et d'autre part, l'anisotropie de leur comportement mécanique. Une simple comparaison avec les nuances martensitiques y conduit naturellement. En effet, ces dernières ne présentent ni texture cristallographique, ni texture morphologique et possèdent des propriétés mécaniques isotropes. Ceci est constaté sur des nuances élaborées par compaction isostatique à chaud [Lucon, 2002] mais également sur des matériaux élaborés par extrusion à chaud [Ukai *et al.*, 2004]. Cette observation est par ailleurs renforcée par la perte d'anisotropie mécanique que l'on observe après recristallisation des nuances ferritiques [Réglé, 1994, Lambard, 1998, Ukai *et al.*, 1997, Kim *et al.*, 2006], phénomène qui s'accompagne d'une modification des textures morphologique et cristallographique. Le simple fait d'identifier un lien entre les anisotropies de microstructure et de propriétés mécaniques ne suffit cependant pas à expliquer la nature de ce lien, et donc l'origine précise de l'anisotropie.

#### Anisotropie en contrainte

Parmi les sources d'anisotropie microstructurale permettant d'expliquer une anisotropie de la limite d'élasticité du matériau, la forme allongée des grains et la forte texture cristallographique apparaissent comme les deux principaux candidats. Il est fréquent dans la littérature que l'observation de ces textures (morphologiques et cristallographiques) conduise certains auteurs à la conclusion que le comportement mécanique du matériau est anisotrope, et ce avant même d'avoir réalisé le moindre essai mécanique. L'expérience tend à valider ce type de raisonnement. Pour autant, le lien entre ces caractéristiques microstructurales et l'anisotropie du comportement mécanique n'est pas clairement établi.

L'influence de la texture morphologique des grains sur le comportement mécanique a été examinée par Ratti [Ratti, 2009]. Il souligne que pour un grain non sphérique, la taille des plans de glissement dépend directement de leur orientation par rapport à la morphologie du grain. Selon le plan auquel elles appartiennent, les dislocations pourront donc glisser sur une distance plus ou moins grande. Puisque la longueur des systèmes favorablement orientés pour le glissement dépend par conséquent de la direction de sollicitation, Ratti propose de remplacer, dans une loi de type Hall-Petch, la taille de grain par la longueur de chaque système de glissement. Par ce raisonnement, l'auteur montre que les durcissements attendus pour des sollicitations à 0° et 90° sont identiques car associés à des longueurs de systèmes identiques. Le durcissement associé à une sollicitation à 45° apparaît inférieur car associé à un plan de glissement de moindre étendue. Ce raisonnement rend compte des observations rapportées sur l'anisotropie de la limite d'élasticité de la nuance F20 (18Cr, larget, cf. figure 5.15). Il n'est par conséquent pas en mesure de rendre compte de l'anisotropie observée sur la nuance J05, puisqu'elle en diffère. Sa généralité n'est donc pas établie.

La seconde source évidente d'anisotropie microstructurale des nuances ODS ferritiques est leur texture cristallographique prononcée. Ukai *et al.* rejettent cependant l'hypothèse que la texture cristallographique soit la cause principale de l'anisotropie de comportement des nuances ODS ferritiques [Ukai *et al.*, 1993a]. Ils arrivent à cette conclusion en observant que l'une de leurs nuances martensitiques présente une texture de fibre  $\{110\}$  modérée, et conserve cependant des propriétés mécaniques isotropes.

D'autres explications peuvent être proposées, en se basant par exemple sur la distribution des nano-renforts. Les caractérisations de la distribution des nano-renforts se contentent généralement de statuer sur son homogénéité (ou inhomogénéité) et d'indiquer une densité moyenne de particules (ou distance moyenne inter-particules). Cependant, on peut se demander ce qui empêche cette distribution d'être anisotrope, à l'image des grains qui sont devenus anisotropes au cours du filage. Les seuls travaux identifiés qui font référence à une anisotropie de la distribution spatiale des nano-renforts sont liés à l'étude de la recristallisation des nuances ODS [Bhadeshia, 1997, Grosdidier *et al.*, 2004, Guessasma *et al.*, 2008]. Cette anisotropie peut très bien exister sans pour autant qu'elle soit facile à mettre en évidence<sup>a</sup>. Un argument vient cependant mettre en doute le rôle éventuel d'une telle anisotropie de la distribution spatiale des nano-renforts. La description de la formation des nano-particules présentée dans le chapitre 1 (cf. section 1.2.1) a en effet montré que les nano-renforts germent et croissent au cours des traitements thermiques et donc pendant la montée en température de la billette avant extrusion. En début de filage, la compaction de la poudre conduit à un matériau complètement dense et surtout à une microstructure isotrope, en termes de morphologie des grains comme en termes de distribution des nano-renforts [Sornin, 2011]. Si une anisotropie de la distribution des nano-renforts apparaît au cours du filage des nuances ODS ferritiques élaborées par extrusion à chaud, elle devrait également apparaître au cours du filage de nuances martensitiques. Et si elle joue un rôle, elle devrait conduire à l'observation d'une anisotropie de comportement des nuances martensitiques, ce qui n'est pas le cas.

La semi-cohérence des nano-renforts, largement évoquée dans le premier chapitre (voir section 1.3.2), joue potentiellement un rôle dans l'anisotropie mécanique observée. On peut en effet imaginer que les relations d'orientation qu'elle induit favorisent plus ou moins le franchissement des nano-renforts par les dislocations selon certains plans de glissement. Associée à la texture cristallographique très prononcée, cette semi-cohérence pourrait donner lieu à une anisotropie mécanique.

### Anisotropie en déformation plastique

L'anisotropie de la déformation plastique, caractérisée par la définition de coefficients de Lankford, est principalement étudiée pour des produits plats destinés à l'emboutissage. Aucune étude s'attachant à évaluer cette anisotropie n'a été identifiée en ce qui concerne les matériaux renforcés par dispersion d'oxydes. D'une manière générale, cette anisotropie de déformation plastique est associée à la texture cristallographique [Lebensohn et Tomé, 1993, Singh, 1999].

---

a. il faudrait pour cela observer des lames minces purement bi-dimensionnelles, afin de faire abstraction de l'épaisseur de la lame et donc d'un effet de superposition.

### Anisotropie de rupture

L'anisotropie de rupture a été observée sur la nuance J05 en termes d'allongement à rupture, de réduction de section à rupture mais également par observation des zones de rupture des éprouvettes de traction. La mise en évidence d'endommagement intergranulaire sur de nombreux faciès de rupture conduit à s'interroger sur le rôle des joints de grains dans l'anisotropie de rupture constatée. Ceci revient à examiner la propension qu'ont les joints de grains à subir une déformation localisée et à s'endommager.

La possibilité que le glissement aux joints de grains participe de manière non négligeable à la déformation des ODS ferritiques a été étudiée par différents auteurs [Nakashima, 1995, Okada *et al.*, 1996, Sugino *et al.*, 2011]. Leurs observations, notamment réalisées sur des nuances recristallisées, mettent en évidence du glissement sur certains joints de grains. En conséquence, une ductilité plus importante est attendue lorsque les joints sont majoritairement cisailés, c'est-à-dire pour une sollicitation à  $45^\circ$  [Sugino *et al.*, 2011]. Ceci est bien observé sur la nuance F20 (cf. figure 5.15), mais pas sur la nuance J05 qui présente à haute température une ductilité transverse similaire à la ductilité longitudinale.

La résistance mécanique des joints de grains peut également jouer un rôle dans l'anisotropie de rupture des nuances ODS. Leur fragilité peut en effet être accentuée par la présence de défauts tels que les populations de particules indésirables recensées dans les sections 1.3.1 et 2.2.2 : oxydes de titane, oxydes d'aluminium, carbures de chrome. . . Kasada propose que ce rôle de défaut puisse également être rempli par les grains les plus petits, du fait de leur taille et de leur orientation cristallographique aléatoire [Kasada *et al.*, 2011]. Une ségrégation d'éléments aux joints de grains [Miller *et al.*, 2003] pourrait également conduire à une fragilisation de ces joints et – du fait de la morphologie des grains – conduire à une anisotropie de rupture des nuances ODS.

## 5.3 Conclusion

L'objectif de ce cinquième chapitre a été de présenter les caractérisations expérimentales de l'anisotropie de la nuance ODS J05. Celles-ci ont été menées en sollicitant des éprouvettes prélevées à 0°, 45° et 90° de la direction d'extrusion. L'anisotropie du matériau a été identifiée à trois niveaux : en termes de contrainte mécanique, d'allongement à rupture et de déformation plastique.

Les deux principales observations concernent la différence entre les propriétés longitudinales et transverses de la barre ODS. À haute température, la direction transverse s'avère moins dure (jusqu'à -20%), et moins ductile (jusqu'à -60%) que la direction longitudinale. Ces observations sont en accord avec une partie des caractérisations disponibles dans la littérature. Elles tendent à confirmer les résultats obtenus en fluage disponibles dans la littérature, montrant une durée de vie plus courte des tubes lorsqu'ils sont sollicités en pression interne. Par ailleurs, l'observation des surfaces de rupture des éprouvettes à 45° et à 90° confirme la présence d'un endommagement intergranulaire au-delà de 500°C, déjà identifié sur les éprouvettes prélevées parallèlement à la direction longitudinale.

Deux points viennent limiter la portée de ces résultats au regard de l'application industrielle visée. Le premier point est le fait que les travaux présentés ici portent sur une nuance élaborée sous la forme d'une barre pleine, et non d'un tube. L'extrapolation des résultats doit donc être réalisée avec précaution du fait des différences de microstructure et/ou de texture attendues entre un tube et une barre. Le second point consiste à remarquer que même avec des microstructures relativement proches, les nuances ODS ferritiques extrudées étudiées dans la littérature ne présentent pas toutes la même anisotropie.

L'anisotropie microstructurale des nuances ODS ferritiques est généralement perçue comme étant à l'origine de leur anisotropie mécanique. À l'heure actuelle, aucun modèle ne permet cependant d'expliquer quantitativement l'anisotropie des nuances ODS ferritiques en se basant sur leur microstructure. Partant de ce constat, le sixième chapitre de ce mémoire aborde la question de la modélisation de l'anisotropie de comportement des matériaux ODS ferritiques élaborés par extrusion à chaud.





## Chapitre 6

# Modélisation polycristalline de l'anisotropie de comportement

### Sommaire

---

<b>6.1</b>	<b>Introduction à la modélisation polycristalline . . . . .</b>	<b>174</b>
6.1.1	Méthodes de changement d'échelle . . . . .	174
6.1.2	Lois de plasticité cristalline . . . . .	176
6.1.3	Texture cristallographique et systèmes de glissement . . . . .	177
<b>6.2</b>	<b>Modélisation polycristalline par homogénéisation auto-cohérente . . . . .</b>	<b>178</b>
6.2.1	Équations du modèle PXH . . . . .	178
6.2.2	Représentativité et dispersion des résultats . . . . .	179
6.2.3	Identification des paramètres du modèle . . . . .	181
6.2.4	Prévision de l'anisotropie en contrainte . . . . .	184
6.2.5	Modélisation de l'anisotropie en déformation plastique . . . . .	190
6.2.6	Bilan . . . . .	192
<b>6.3</b>	<b>Agrégats polycristallins et méthode des éléments finis . . . . .</b>	<b>194</b>
6.3.1	Géométrie, conditions aux limites et type d'éléments . . . . .	194
6.3.2	Influence de la texture cristallographique . . . . .	198
6.3.3	Influence de la morphologie des grains . . . . .	200
<b>6.4</b>	<b>Conclusion . . . . .</b>	<b>204</b>

---

Les chapitres 2 et 5 de ce mémoire ont montré que la nuance ODS ferritique J05 possédait une microstructure et un comportement mécanique anisotropes. Différentes hypothèses existent dans la littérature pour expliquer l'anisotropie observée de manière générale sur les nuances ODS ferritiques élaborées par extrusion à chaud. La texture cristallographique et la forme des grains sont généralement évoquées [Ukai *et al.*, 1998a, Alamo *et al.*, 2004, Kim *et al.*, 2006]. Pour autant, aucune estimation basée sur la prise en compte de ces éléments microstructuraux n'est en mesure de quantifier l'anisotropie de ces nuances. Partant de ce constat, le présent chapitre s'attache à modéliser le comportement mécanique à haute température de la nuance J05 afin de comprendre le rôle de la morphologie des grains et de la texture cristallographique sur l'anisotropie du matériau. Pour cela, une démarche de modélisation polycristalline est mise en œuvre.

## 6.1 Introduction à la modélisation polycristalline

De manière générale, la modélisation polycristalline repose sur deux éléments principaux que sont (i) une description du comportement d'un monocristal<sup>a</sup> et (ii) une méthode de changement d'échelle permettant de déterminer le comportement macroscopique d'un ensemble de grains constituant un polycristal. Ces deux éléments sont présentés ci-dessous, en commençant par la méthode de changement d'échelle.

### 6.1.1 Méthodes de changement d'échelle

Deux méthodes sont généralement employées afin de déterminer le comportement d'un polycristal à partir du comportement et des orientations cristallographiques des grains le constituant. La première est la méthode des éléments finis, la seconde est l'homogénéisation par champs moyens.

#### La modélisation polycristalline par la méthode des éléments finis

Un calcul polycristallin réalisé par la méthode des éléments finis donne accès aux champs de déformation et de contrainte locaux, définis en chaque point du polycristal. Il s'agit d'une méthode dite à *champs complets*, qui nécessite une description précise du polycristal, puis une discrétisation de sa géométrie, comme illustré par la figure 6.1a. À cette description géométrique s'ajoute la définition du comportement du monocristal, à l'échelle des systèmes de glissement. Dans le cas des matériaux polycristallins constitués d'une seule phase, le comportement monocristallin attribué à chaque grain est généralement le même pour tous les grains. En revanche, l'attribution d'une orientation cristalline est propre à chacun d'entre eux. L'ensemble des orientations retenues constitue alors la texture cristallographique de l'agrégat ainsi défini. Dans le cas de la reproduction d'une microstructure réelle, on peut attribuer à chaque grain sa véritable orientation, mesurée par exemple par EBSD. À défaut, il est possible d'attribuer à chaque grain une orientation cristalline de telle sorte que la texture globale soit représentative de la texture du matériau étudié. Un choix totalement aléatoire de ces orientations (associés à un grand nombre de grains au sein de l'agrégat) permet par exemple de simuler le comportement d'un matériau

---

a. c'est-à-dire d'une phase cristalline orientée.

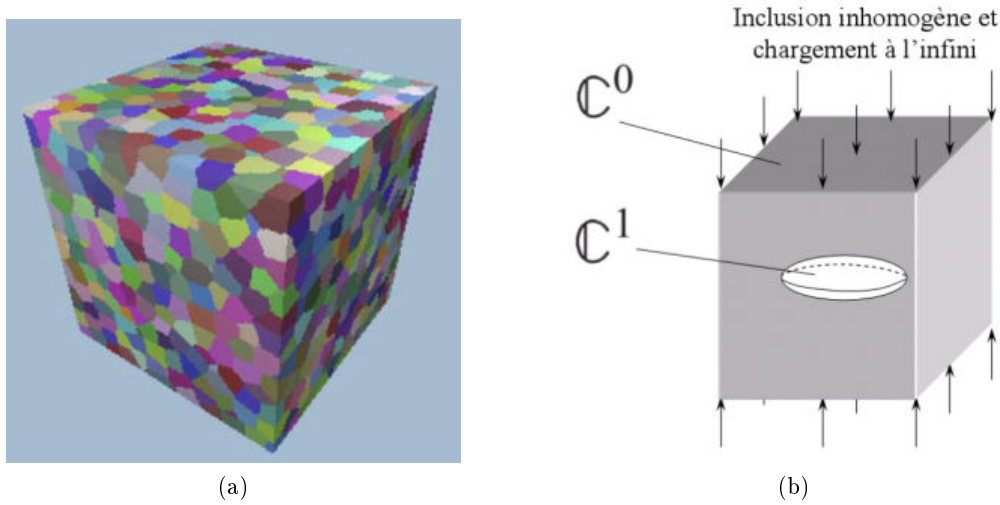


FIGURE 6.1 – (a) Représentation d’un polycristal en vue d’un calcul par la méthode des éléments finis [Diard *et al.*, 2005] et (b) illustration du problème de l’inclusion inhomogène, traité par Eshelby, et sur lequel est basée la modélisation auto-cohérente [Rupin, 2007].

sans texture cristallographique particulière. La méthode des éléments finis permet une description plus précise des interactions entre grains voisins.

### La modélisation polycristalline par homogénéisation auto-cohérente

Les méthodes à *champs complets* ont été définies par opposition aux méthodes à *champs moyens*, dont l’apparition est bien antérieure à l’avènement des puissants outils de calcul modernes. L’idée de base des méthodes à *champs moyens* est d’estimer le comportement d’un matériau comportant plusieurs phases en ne se basant que sur le comportement moyen de chacune des phases. Dans le cas des modèles dédiés à l’étude des polycristaux, cela conduit généralement à ne plus s’intéresser à la géométrie des grains. Un grain est alors complètement défini par son orientation cristalline et son comportement mécanique. Au sein d’un polycristal, plusieurs grains étant susceptibles d’avoir la même orientation cristalline, la notion de *phase* est associée à un ensemble de grains ayant une même orientation cristalline. De ce fait, le comportement d’une phase représente le comportement moyen de l’ensemble des grains ayant une même orientation cristalline.

Les premiers modèles d’homogénéisation à champs moyens proposés par Sachs [Sachs, 1928] et Taylor [Taylor, 1938] supposaient respectivement un état de contrainte et de déformation identique (et homogène) dans chacun des grains<sup>a</sup>. La notion de modélisation auto-cohérente est née par la suite avec les travaux de Kröner [Kröner, 1961]. Elle consiste à considérer de manière successive chaque grain comme étant isolé au sein d’une matrice dont le comportement est celui

a. ici, comme à chaque fois qu’il sera question de modèles à champs moyens, le terme *grain* est utilisé pour désigner la notion de *phase*, c’est-à-dire l’ensemble des grains ayant une même orientation cristalline.

que l'on souhaite déterminer, à savoir le comportement du polycristal lui-même. Ceci est illustré par la figure 6.1b. Les travaux de Kröner s'appuient sur la résolution du problème de l'inclusion élastique proposée par Eshelby [Eshelby, 1957]. Par la suite, Hill généralise la démarche initiée par Kröner en proposant une approche incrémentale [Hill, 1965] permettant de linéariser, et donc de résoudre, des problèmes non-linéaires. Celle-ci permet de décrire des matériaux multiphasés au comportement non-linéaire, englobant ainsi l'élasto-plasticité. Associée à une mise en œuvre complexe, l'approche incrémentale de Hill a ouvert la voie à une grande variété de formulations simplifiées, en élasto-plasticité et en élasto-visco-plasticité. Parmi celles-ci, citons les travaux de Hutchinson [Hutchinson, 1976] ainsi que les approches sécante [Berveiller et Zaoui, 1979], tangente [Molinari *et al.*, 1987, Lebensohn et Tomé, 1993], affine [Masson et Zaoui, 1999] ou encore les approches au second-order [Ponte Castañeda, 1996], ces dernières permettant de prendre en compte une certaine hétérogénéité intra-phase [Bornert *et al.*, 2001b].

### 6.1.2 Lois de plasticité cristalline

Quelle que soit la méthode de transition d'échelle retenue, il est nécessaire de décrire le comportement local, c'est-à-dire le comportement du monocristal. Ceci est réalisé en attribuant une loi de comportement à chaque système de glissement. Une telle loi peut faire appel à des variables d'écrouissage décrivant éventuellement des interactions entre les différents systèmes de glissement.

Les lois de plasticité cristalline utilisées dans ce chapitre s'inspirent directement des lois macroscopiques employées dans le chapitre 4 (équations 4.8a-4.8d). Dans un premier temps, une variable d'écrouissage microscopique, écrite à l'échelle de chaque système de glissement, est associée à chacune des variables d'écrouissage macroscopiques définies au chapitre 4. Implicitement, cela revient notamment à attribuer aux variables cinématiques macroscopiques une origine purement intragranulaire. Cette hypothèse sert de point de départ aux travaux de modélisation polycristalline.

Les équations 6.1a à 6.1d décrivent, en l'absence d'écrouissage isotrope, les lois de plasticité cristalline pour le système de glissement  $s$ . Elles permettent de relier la vitesse de glissement viscoplastique  $\dot{\gamma}_p^s$  à la cission effective  $\tau_{eff}^s$ , c'est-à-dire à la fois à la cission résolue  $\tau_s$  et aux variables d'écrouissage cinématiques  $x_i^s$  et isotrope  $\tau_c^s$  associées au système de glissement  $s$ .

$$\dot{\gamma}_p^s = \dot{\gamma}_0 \exp\left(\frac{-E_a}{k_B T}\right) \sinh\left(\frac{V_\tau \tau_{eff}^s}{k_B T}\right) \times \text{signe}(\tau^s - x^s) \quad (6.1a)$$

$$\tau_{eff}^s = \langle |\tau^s - x^s| - \tau_c^s \rangle_+ \quad (6.1b)$$

$$\dot{x}^s = \sum_i \dot{x}_i^s = \sum_i (C_i \dot{\gamma}_p^s - D_i x_i^s |\dot{\gamma}_p^s|) \quad (6.1c)$$

$$\tau_c^s = \tau_0 \quad (6.1d)$$

Dans le cas où l'on souhaite associer à chaque système de glissement une densité de dislocations, elle-même reliée à un écrouissage isotrope, l'équation 6.1d sera remplacée par les équations 6.2a et 6.2b afin de prendre en compte les interactions entre différents systèmes de glissement [Franciosi, 1983] ainsi que l'évolution de chacune des densités de dislocations du grain.

$$\tau_c^s = \tau_0 + \alpha \mu b \sqrt{\sum_g h_{sg} \rho^g} \quad (6.2a)$$

$$\dot{\rho}^s = \rho_c |\dot{\varepsilon}_p^s| - \rho_c |\dot{\varepsilon}_p| \frac{\rho^s}{\rho_\infty} = \rho_c (1 - \rho^s / \rho_\infty) |\dot{\gamma}_p^s| \quad (6.2b)$$

### 6.1.3 Texture cristallographique et systèmes de glissement

Afin d'évaluer l'influence de la texture cristallographique sur le modèle de comportement polycristallin décrit dans ce chapitre, des textures de fibres plus ou moins prononcées ont été générées. La génération de ces différentes textures est présentée dans l'annexe C. Elles diffèrent notamment par leurs indices de texture, reportés dans le tableau 6.1.

Texture	Indice de texture	Mode de détermination
Texture isotrope	J = 1,0	aléatoire
Texture de fibre {110} modérée	J = 2,6	semi-expérimental (DRX)
Texture de fibre {110} réelle	J = 5,9	expérimental (EBSD)
Texture de fibre {110} marquée	J = 6,0	semi-expérimental (DRX)
Texture de fibre {110} parfaite	J = 17,0	aléatoire

Tableau 6.1 – Indices de texture des différentes listes d'orientations utilisées dans le cadre de la modélisation polycristalline.

Les observations *in-situ* réalisées en microscopie électronique en transmission ont montré qu'à haute température, les dislocations glissent sur les trois familles de systèmes de glissement des mailles cubiques centrées : {110}<111>, {112}<111>, {123}<111> [Bartsch *et al.*, 1999, Malaplate *et al.*, 2011]. Les résultats présentés par la suite ont été obtenus en considérant la famille de plans {110}, soit seule, soit associée à la famille de plans {112}<sup>a</sup>.

#### La démarche

La démarche de modélisation adoptée consiste à étudier dans un premier temps la capacité d'une modélisation à champs moyens à reproduire les observations expérimentales obtenues sur la nuance J05. Aucune loi d'endommagement n'ayant été employée dans ces travaux de modélisation, seules les anisotropies en contrainte et en déformation plastique sont donc abordées. L'influence de la texture, de la forme des grains et des plans de glissement retenus sera évaluée. Par la suite,

a. Dans chaque cas, la cission critique  $\tau_0$  a été définie comme identique sur chacun des systèmes de glissement.

un travail similaire sera mené par calculs d'agrégats polycristallins par la méthode des éléments finis.

## 6.2 Modélisation polycristalline par homogénéisation auto-cohérente

Cette partie présente les résultats obtenus avec le modèle polycristallin par homogénéisation auto-cohérente, noté par la suite modèle PXH.

### 6.2.1 Équations du modèle PXH

Chaque grain  $g$  pris en compte dans une simulation est décrit par son état de contrainte moyenne  $\underline{\sigma}_g$ , sa déformation plastique  $\underline{\varepsilon}_g^p$  et sa fraction volumique  $f_g$ . Ces trois grandeurs vérifient les relations suivantes :

$$\underline{\Sigma} = \sum_g f_g \underline{\sigma}_g \quad \underline{\dot{E}}^p = \sum_g f_g \underline{\dot{\varepsilon}}_g^p \quad \sum_g f_g = 1 \quad (6.3)$$

qui permettent d'introduire la contrainte macroscopique  $\underline{\Sigma}$  ainsi que la déformation plastique macroscopique  $\underline{E}^p$ . La deuxième de ces trois relations, qui définit la vitesse de déformation plastique macroscopique, est valable dans le cas d'une élasticité homogène, c'est-à-dire pour des modules d'élasticité identiques dans toutes les phases. La déformation macroscopique  $\underline{E}$  s'obtient à partir de la partie plastique macroscopique par l'ajout de la partie élastique  $\underline{E}^e$ , à savoir :

$$\underline{E} = \underline{E}^p + \underline{E}^e \text{ avec } \underline{\Sigma} = \mathbf{C} : \underline{E}^e \quad (6.4)$$

où  $\mathbf{C}$  est le tenseur des modules d'élasticité du matériau<sup>a</sup>. Une élasticité isotrope est employée dans un premier temps.

Une loi de localisation de type Berveiller-Zaoui [Berveiller et Zaoui, 1979] a été retenue pour la démarche d'homogénéisation auto-cohérente rapportée ici, notamment pour sa relative simplicité de mise en œuvre et sa capacité à décrire le comportement macroscopique d'agrégats polycristallins en sollicitation monotone [Barbe et al., 2001a]. Elle permet d'exprimer le tenseur  $\underline{\sigma}_g$  des contraintes au sein du grain  $g$  en fonction du tenseur des contraintes macroscopiques  $\underline{\Sigma}$ , du tenseur des déformations plastiques macroscopiques  $\underline{E}^p$  et du tenseur  $\underline{\varepsilon}_g^p$  des déformations plastiques dans le grain  $g$  :

$$\underline{\sigma}_g = \underline{\Sigma} + 2\alpha\mu(1 - \beta_{\text{Kröner}})(\underline{E}^p - \underline{\varepsilon}_g^p) \text{ avec } \beta_{\text{Kröner}} = \frac{2(4 - 5\nu)}{15(1 - \nu)} \text{ et } \alpha = \frac{1}{1 + \frac{3\mu}{2} \frac{\|\underline{E}^p\|}{\|\underline{\Sigma}\|}} \quad (6.5)$$

où  $\|\underline{E}^p\|$  et  $\|\underline{\Sigma}\|$  sont définies au sens de la plasticité isotrope incompressible de von Mises, à savoir

$$\|\underline{E}^p\| = \sqrt{\frac{2}{3} \underline{E}^p : \underline{E}^p} \text{ et } \|\underline{\Sigma}\| = \sqrt{\frac{3}{2} \underline{\Sigma} : \underline{\Sigma}} \text{ avec } \underline{\underline{S}} = \underline{\Sigma} - \frac{1}{3} \text{Trace}(\underline{\Sigma}) \underline{1} \quad (6.6)$$

a. Il s'agit d'un tenseur d'ordre 4.

La dérivation de cette loi de localisation à partir des travaux de Kröner [Kröner, 1961] et Hill [Hill, 1965] est détaillée dans l'annexe B.1.1. Elle suppose notamment un chargement radial et monotone. Pour la simulation d'essais cycliques (chargement non-monotone), une formulation en  $\beta$ , également présentée en annexe B.1.1, est adoptée [Cailletaud, 1987, Pilvin, 1990]. La loi de localisation correspondant à cette formulation est décrite par les équations 6.7a et 6.7b.

$$\underline{\sigma}_g = \underline{\Sigma} + C_{CP} \left( \underline{\beta} - \underline{\beta}_g \right) \quad (6.7a)$$

$$\dot{\underline{\beta}}_g = \dot{\underline{\varepsilon}}_g^p - D_{CP} \left( \underline{\beta}_g - \delta_{CP} \dot{\underline{\varepsilon}}_g^p \right) \frac{2}{3} \|\dot{\underline{\varepsilon}}_g^p\| \quad \text{avec} \quad \underline{\beta} = \sum_g f_g \underline{\beta}_g \quad (6.7b)$$

### 6.2.2 Représentativité et dispersion des résultats

Après avoir défini le cadre de la modélisation, il est nécessaire de définir la taille du polycristal simulé. Il s'agit de déterminer le nombre de grains – c'est-à-dire le nombre d'orientations cristallines – à prendre en compte afin que les simulations effectuées soient représentatives du comportement d'un polycristal contenant une infinité d'orientations.

#### Dispersion du comportement moyen entre différentes réalisations

Le choix du nombre de grains par simulation doit être fait de manière à avoir un bon compromis entre la précision de calcul souhaitée et le temps de calcul requis pour atteindre cette précision. L'homogénéisation auto-cohérente présente un faible coût en termes de temps de calcul. C'est là un avantage certain par rapport à la modélisation par éléments finis. De ce fait, c'est principalement un objectif de précision des résultats qui va entrer en compte dans la détermination de la taille du polycristal simulé.

Dans le cadre de la modélisation polycristalline en général, deux stratégies de calcul peuvent être envisagées. Il est en effet possible de déterminer un comportement moyen en choisissant de se baser (1) sur un grand nombre de simulations ( $N_{sim}$ ) contenant chacune un petit nombre de grains ( $N_g$ ) ou bien, à l'inverse, (2) sur un petit nombre de simulations, chacune impliquant un grand nombre d'orientations cristallines<sup>a</sup>. La première stratégie peut parfois conduire à un gain important en temps de calcul.

La figure 6.2a montre que la dispersion des résultats dépend du nombre de grains par simulations  $N_g$ . Les données reportées sur cette figure sont issues de simulations réalisées avec les paramètres définis dans le tableau 6.2 et dont l'identification est décrite ultérieurement. Lorsque  $N_g$  est faible, le polycristal simulé n'est en effet pas représentatif de la texture du matériau. La dispersion entre différentes réalisations est alors importante et il faut effectuer de nombreuses simulations pour déterminer un comportement moyen. Cette dispersion est illustrée par les  $N_{sim} = 1000$  simulations comportant chacune  $N_g = 10$  grains. À l'inverse, plus  $N_g$  est important, plus la texture

a. Deux simulations comportant un même nombre de grains différent par les orientations cristallographiques associées à chaque grain.



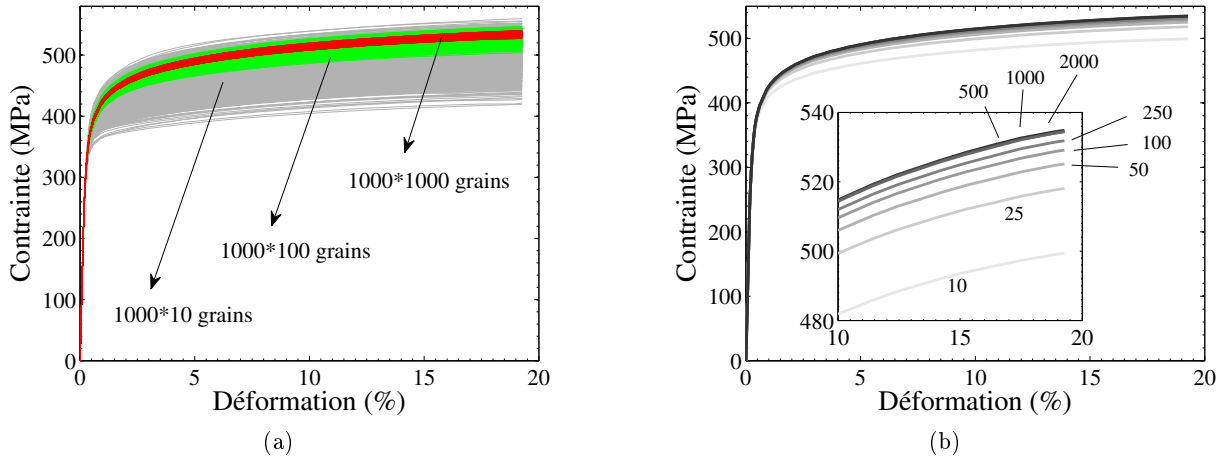


FIGURE 6.2 – Modèle PXH. (a) Dispersion liée au nombre de grains par simulation.  $N_{sim} = 1000$ ,  $N_g = 10, 100, 1000$ . Une courbe correspond à une simulation. (b) Comportement moyenné sur  $N_{sim} \times N_g = 10000$  grains en fonction du nombre de grains par simulation  $N_g$ , indiqué en regard de chaque courbe.

du matériau est correctement décrite et plus faible est la dispersion entre différentes simulations. Les dispersions correspondant à 1000 simulations contenant 100 ou 1000 grains apparaissent ainsi beaucoup plus faibles (cf. figure 6.2a). Ces observations ne dépendent que très peu du jeu de coefficients retenu.

Dans le cadre de l'homogénéisation auto-cohérente, le temps de calcul est globalement équivalent entre les stratégies 1 et 2 évoquées ci-dessus. En revanche, le résultat obtenu en déterminant le comportement moyen à partir de  $N_{sim}$  simulations effectuées ne l'est pas. La figure 6.2b montre que le comportement moyen déterminé sur un nombre total de 10 000 grains simulés en  $N_{sim}$  simulations dépend du nombre de grains par simulation  $N_g$ . Pour  $N_g = 10$  (et donc  $N_{sim} = 1000$ ), le comportement moyen obtenu ne correspond pas au comportement moyen calculé avec 10 simulations comprenant 1000 grains chacune. La figure 6.2b montre que ce biais disparaît lorsque  $N_g$  est supérieur à 500. Les simulations doivent donc être effectuées avec un minimum de 500 grains. Puisque la dispersion diminue lorsque  $N_g$  augmente, le choix est fait de retenir de manière générale  $(N_{sim}, N_g) = (1, 2000)$ , ce qui revient à considérer qu'une unique simulation avec 2000 grains est une bonne estimation du comportement d'un polycristal contenant une infinité de grains. Ceci revient à négliger la dispersion entre différentes réalisations, qui est inférieure à 0,5% en termes de contrainte pour  $N_g = 2000$ .

### Dispersion du comportement entre grains

La simulation d'un essai de traction sur un polycristal contenant 2000 orientations permet de caractériser le comportement défini, d'une part, par les lois de la plasticité cristalline (équations 4.8a-4.8d), et d'autre part, par la texture cristallographique retenue. La figure 6.3 illustre

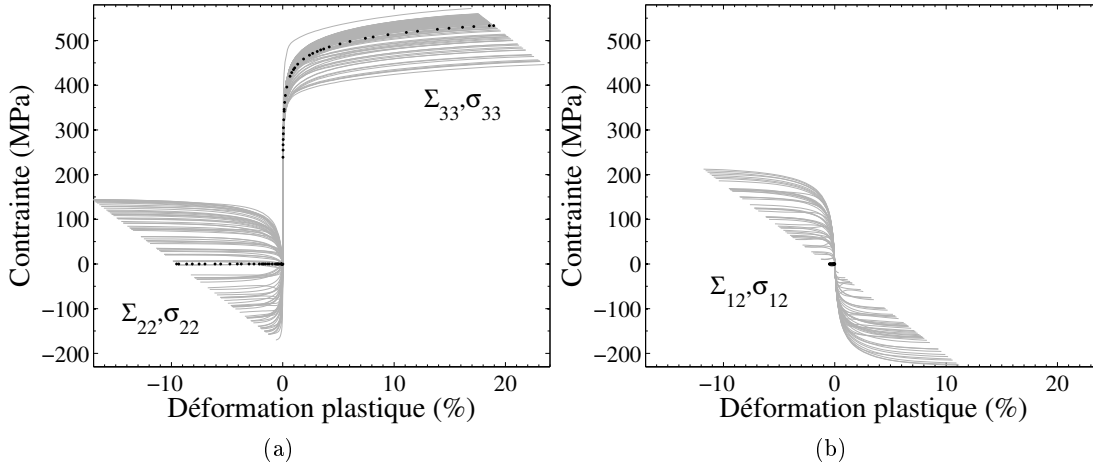


FIGURE 6.3 – Modèle PXH. Dispersion des courbes de comportement de 100 grains parmi un agrégat constitué de 2000 grains sollicité en traction uniaxiale selon  $e_{33}$ . Les courbes en pointillés noirs correspondent au comportement macroscopique de l'agrégat. Composante de traction selon  $e_{22}$  et  $e_{33}$  (a) et de cisaillement selon  $e_{12}$ . La base orthonormale  $(e_{11}, e_{22}, e_{33})$  est la base par rapport à laquelle les angles d'Euler sont définis.

l'hétérogénéité de comportement relevée entre 100 grains appartenant à un polycristal de 2000 grains soumis à une traction uniaxiale dans la direction  $e_{33}$ . La figure 6.3a illustre notamment la dispersion des courbes de comportement des grains  $\sigma_{33} = f(\varepsilon_{33}^p)$  autour du comportement du polycristal défini par la relation  $\Sigma_{33} = f(E_{33}^p)$ . Les données se dispersent sur une droite dont la pente est définie par la loi de localisation, à savoir  $-2\alpha\mu(1 - \beta_{\text{Kröner}})$  dans le cas du schéma sécant de Berveiller et Zaoui<sup>a</sup>. Pour une traction uniaxiale selon  $e_{33}$ , il apparaît ainsi que les contraintes moyennes autres que  $\Sigma_{33}$  sont nulles, ce qui n'est pas le cas à l'échelle des grains, autant au niveau des composantes de traction 6.3a qu'au niveau des composantes de cisaillement 6.3b. Cette dispersion du comportement des grains, qui traduit l'hétérogénéité de déformation au sein d'un polycristal, est ainsi reproduite de manière générale par l'utilisation de la loi de localisation de Berveiller et Zaoui [Barbe *et al.*, 2001b].

### 6.2.3 Identification des paramètres du modèle

Afin de prévoir l'anisotropie de comportement de la nuance J05, les paramètres du modèle sont tout d'abord identifiés afin de reproduire convenablement le comportement longitudinal du matériau, en traction et en fatigue. La procédure d'identification mise en place est la suivante :

- Partir des coefficients identifiés au cours de la modélisation macroscopique du chapitre 4. Les coefficients d'élasticité  $E$  et  $\nu$ , l'énergie d'activation  $E_a$  conservent donc leurs valeurs. Les paramètres de la loi de glissement  $\dot{\gamma}_0$  et  $V_\tau$  ainsi que les variables d'écrouissage  $\tau_0$  et

a. Cette pente dépend de la déformation plastique par l'intermédiaire de la variable  $\alpha$ . Voir annexe B.1.1.

$x_i$  sont quant à eux reliés aux grandeurs  $\dot{\varepsilon}_0$ ,  $V_\sigma$ ,  $R_0$  et  $X_i$  par l'intermédiaire du facteur de Taylor  $M = 2,9$  (correspondant au cas isotrope).

- Réaliser une première optimisation de ces coefficients afin de reproduire au mieux les courbes de traction à différentes vitesses de sollicitation, à 650°C.
- Identifier les paramètres  $C_{CP}$ ,  $D_{CP}$ , et  $\delta_{CP}$  de la loi en  $\beta$  afin d'avoir une concordance avec la formulation de Berveiller-Zaoui sur une traction monotone.
- Optimiser à nouveau les coefficients en ajoutant les essais de fatigue à la procédure d'identification.

Le tableau 6.2 indique les valeurs des coefficients qui seront utilisées pour la prévision de l'anisotropie de comportement de la nuance J05. Ils ont été déterminés en utilisant la texture de fibre réelle du matériau, dont l'indice de texture vaut  $J = 5,9$ . Les paramètres obtenus s'avèrent pour la plupart très proches des valeurs intuitées à partir du modèle de comportement macroscopique, traduisant la similarité des formulations et la pertinence du modèle de Taylor.

Paramètre	Expression et valeur initiales		Valeur finale	Unité
Module d'Young	$E$	165	165	GPa
Module de cisaillement	$\mu$	63	63	GPa
Coefficient de Poisson	$\nu$	0,3	0,3	–
Vecteur de Burgers	$b$	$2,5 \cdot 10^{-10}$	$2,5 \cdot 10^{-10}$	m
Vitesse de glissement	$\dot{\gamma}_0 = \dot{\varepsilon}_0 * M/5$	$2,2 \cdot 10^8$	$2,3 \cdot 10^8$	s <sup>-1</sup>
Énergie d'activation	$E_a$	223,6	223,6	kJ.mol <sup>-1</sup>
Volume d'activation	$V_\tau = V_\sigma * M$	125	120	$b^3$
Cission critique	$\tau_0 = R_0 * 1/M$	29	30	MPa
Coefficient $C_1$	$C_1 = C_1^{macro} * 1/M$	$2,5 \cdot 10^5$	$1,0 \cdot 10^6$	MPa
Coefficient $D_1$	$D_1 = D_1^{macro}$	4 465	16 667	–
Soit coefficient $X_1^{sat}$	$X_1^{sat} = C_1/D_1$	56	60	MPa
Coefficient $C_2$	$C_2 = C_2^{macro} * 1/M$	$2,8 \cdot 10^4$	$9,0 \cdot 10^4$	MPa
Coefficient $D_2$	$D_2 = D_2^{macro}$	585	2 432	–
Soit coefficient $X_2^{sat}$	$X_2^{sat} = C_2/D_2$	48	37	MPa
Coefficient $C_3$	$C_3 = C_3^{macro} * 1/M$	172	300	MPa
Coefficient $D_3$	$D_3 = D_3^{macro}$	10	10	–
Soit coefficient $X_3^{sat}$	$X_3^{sat} = C_3/D_3$	17	30	MPa
Coefficient $C_{CP}$	$C_{CP} = \mu$	63	48	GPa
Coefficient $D_{CP}$	$D_{CP}$	1	148	–
Coefficient $\delta_{CP}$	$\delta_{CP}$	1	0.1	–

Tableau 6.2 – Paramètres du modèle PXH avant et après la procédure d'identification à 650°C.

## Résultats

La figure 6.4a montre que l'effet de vitesse observé en traction à 650°C est convenablement reproduit. Ce n'est pas le cas en revanche de l'entrée en plasticité relativement brutale du matériau.

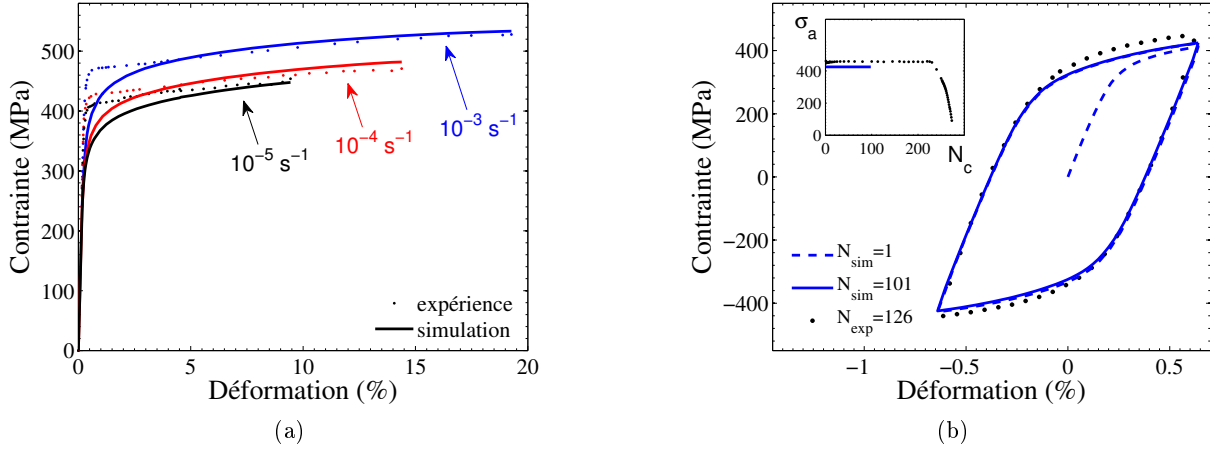


FIGURE 6.4 – Modèle PXH. Prévisions du comportement en traction (a) et fatigue (b) longitudinale.

Contrairement au modèle macroscopique présenté dans le chapitre 4, la plasticité ne se déclenche pas de manière homogène dans le cas d'un modèle de plasticité cristalline. Son apparition correspond à l'occurrence d'une succession de déformations micro-plastiques, chacune correspondant à l'entrée en plasticité d'un grain.

La figure 6.4b montre que l'identification des paramètres du modèle permet effectivement de reproduire le comportement cyclique du matériau. L'absence d'écrouissage cyclique ainsi que l'allure de la boucle de fatigue stabilisée sont correctement reproduites. La légère sous-estimation du niveau de contrainte atteint pour une amplitude de déformation imposée au cours d'un essai de fatigue est directement liée à l'entrée en plasticité progressive observée sur les simulations de traction.

L'hypothèse de trajet monotone associée au schéma de Berveiller-Zaoui n'étant pas compatible avec la réalisation d'essais de fatigue, la loi de Berveiller-Zaoui a été remplacée par une loi en  $\beta$  ajustée sur la loi de Berveiller et Zaoui dans le cas d'une montée en charge. La figure 6.5 montre la correspondance entre les deux formulations obtenue à la fois en termes de comportement du polycristal et de comportement des grains. Cette correspondance est obtenue par l'identification des paramètres  $C_{CP}$ ,  $D_{CP}$ , et  $\delta_{CP}$ .

### Cas de l'écrouissage isotrope

Associé à un écrouissage purement isotrope, le modèle macroscopique a montré l'incapacité de ce type d'écrouissage à reproduire à la fois une absence d'écrouissage cyclique et une boucle de fatigue ayant une allure correspondant à celle observée expérimentalement. La particularité de la loi de localisation en  $\beta$  est de prendre en compte, par le biais des variables  $\beta_g$ , les interactions entre grains. Ceci revient à introduire une source de contrainte cinématique, d'origine intergranulaire.

Puisqu'une contribution cinématique émane directement du modèle d'homogénéisation retenu, il est intéressant d'évaluer la nécessité de conserver différents écrouissages cinématiques. La

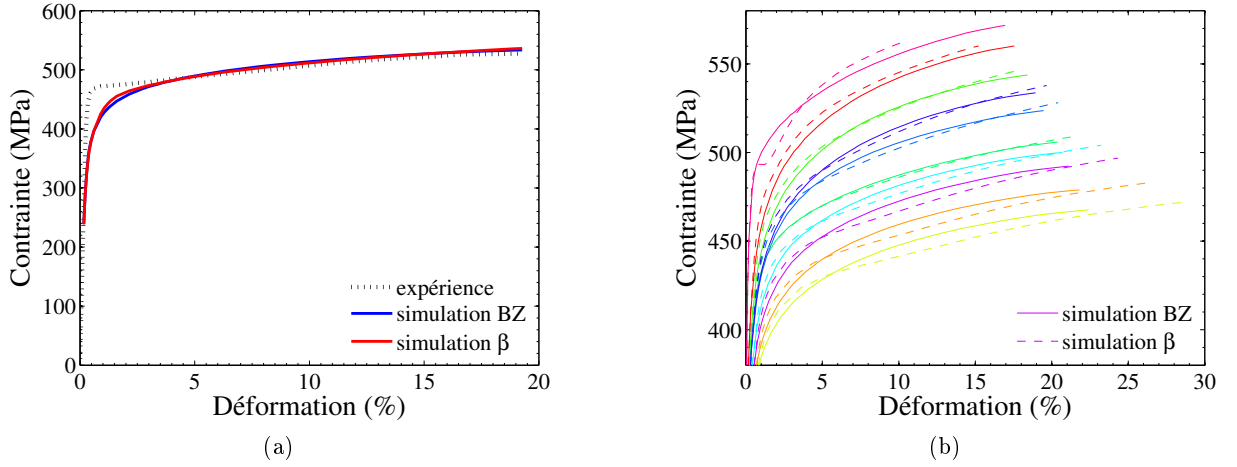


FIGURE 6.5 – Modèle PXH. Comparaison de la loi de localisation de Berveiller-Zaoui (BZ) et de la loi en  $\beta$ . Comportement en traction uniaxiale d'un agrégat de 2000 grains (a) et comparaison du comportement de 10 grains (pris au hasard) ayant la même orientation entre les deux simulations (b).

figure 6.6 montre les résultats obtenus avec un modèle PXH basé uniquement sur un écrouissage isotrope, émanant des interactions entre les densités de dislocations des différents systèmes de glissement (cf. équations 6.2a et 6.2b). Une matrice d'écrouissage simplifiée est retenue, avec un terme diagonal,  $h_0$ , caractérisant l'auto-écrouissage et un terme hors-diagonale  $h_1$  caractérisant l'écrouissage latent entre deux systèmes de glissement. Les coefficients retenus pour ce modèle sont présentés dans le tableau 6.3.

La figure 6.6a montre qu'en traction monotone longitudinale, il est possible de reproduire le comportement observé expérimentalement avec un écrouissage purement isotrope à l'échelle des systèmes de glissement. La figure 6.6b indique quant à elle que l'allure du premier cycle de fatigue est nettement améliorée par la contribution cinématique intergranulaire résultant du schéma auto-cohérent retenu. En revanche, la prévision d'un écrouissage cyclique perdure, et reste en désaccord avec l'expérience. De ce fait, la version du modèle PXH basée sur l'évolution des variables cinématiques est utilisée par la suite.

#### 6.2.4 Prévision de l'anisotropie en contrainte

L'identification des paramètres du modèle ayant été réalisée uniquement en se basant sur des essais mécaniques longitudinaux, il est désormais possible d'employer ce modèle afin de prévoir l'anisotropie de comportement mécanique de la nuance J05. Dans un premier temps, seul l'effet de la texture cristallographique peut être évalué puisqu'aucune description de la morphologie des grains n'a été, à ce stade, introduite dans le modèle. Les simulations sont effectuées à vitesse de déformation imposée dans les trois directions : à  $0^\circ$ ,  $45^\circ$  et  $90^\circ$  de la direction d'extrusion. La manière de procéder est décrite dans l'annexe B.4.

La figure 6.7 présente les résultats obtenus lorsque la texture *réelle* du matériau est attribuée

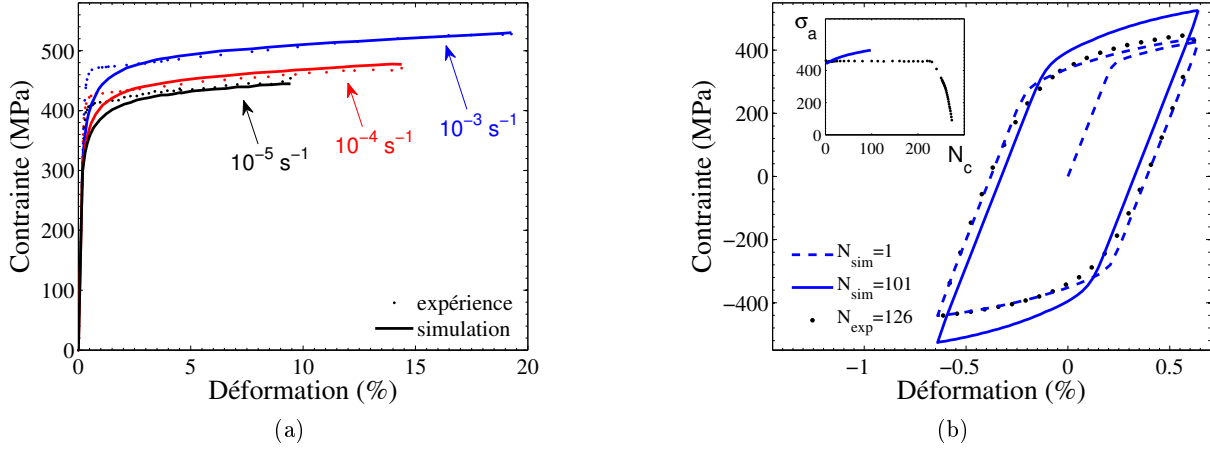


FIGURE 6.6 – Modèle PXH. Prévisions du comportement en traction (a) et fatigue (b) longitudinale.

Coefficient	Valeur	unité	Coefficient	Valeur	Unité
$E$	165	GPa	$h_0$	0,012	–
$\mu$	63,5	GPa	$h_1$	0,048	–
$\nu$	0,3	–	$\rho_0$	$1 \cdot 10^{14}$	$m^{-2}$
$b$	$2,5 \cdot 10^{-10}$	m	$\rho_c$	$3,6 \cdot 10^{15}$	$m^{-2}$
$\dot{\gamma}_0$	$2,3 \cdot 10^8$	$s^{-1}$	$\rho_\infty$	$1,2 \cdot 10^{16}$	$m^{-2}$
$E_a$	223,6	$kJ.mol^{-1}$	$C_{CP}$	48	GPa
$V_\tau$	120	$b^3$	$D_{CP}$	148	–
$\tau_0$	30	MPa	$\delta_{CP}$	0.1	–

Tableau 6.3 – Paramètres du modèle PXH avec écrouissage isotrope à 650°C.

au polycristal virtuel sollicité en traction monotone. Cette figure montre que la prise en compte d'une texture de fibre de type  $\langle 110 \rangle$  fait apparaître une anisotropie de comportement. Au-delà de 2% de déformation, la résistance mécanique du matériau est ainsi plus élevée dans la direction longitudinale que dans les directions transverse et à 45°. Cette anisotropie est principalement observée en termes d'entrée en plasticité et de contrainte d'écoulement. La pente d'écrouissage est en revanche semblable dans les trois directions.

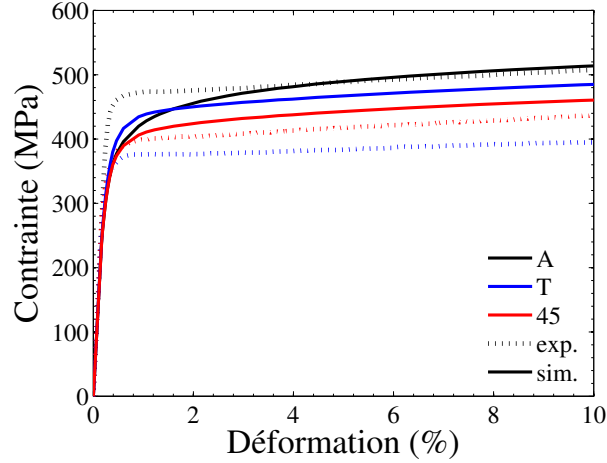


FIGURE 6.7 – Anisotropie de comportement résultant de la modélisation polycristalline auto-cohérente pour une texture de fibre  $\{110\}$  réelle ( $J = 5,9$ ).

L'anisotropie prévue par le modèle n'est pas en accord avec l'anisotropie observée expérimentalement. En premier lieu, le modèle décrit une entrée en plasticité très progressive dans la direction longitudinale. La limite élastique conventionnelle en sens travers,  $Rp_{0,2\%}^T$ , est ainsi plus élevée que la limite élastique longitudinale  $Rp_{0,2\%}^A$ . L'écoulement plastique conduit à une inversion des niveaux de contrainte, caractérisée par la hiérarchie  $\sigma^A > \sigma^T > \sigma^{45}$ , qui ne coïncide pas avec l'expérience, à savoir :  $\sigma^A > \sigma^{45} > \sigma^T$ . En plus de cette inversion entre résistance transverse et résistance à 45°, les écarts de contrainte entre la direction longitudinale et les directions transverse et à 45° sont fortement sous-estimés. Pour une déformation de 10%, ces écarts valent respectivement 20 MPa et 55 MPa d'après le modèle, contre 110 MPa et 70 MPa d'après l'expérience.

### Influence de la texture cristallographique

La figure 6.8 permet de quantifier plus précisément l'influence de la texture cristallographique sur le modèle de comportement polycristallin étudié ici. Cette figure décrit l'évolution du comportement en fonction de la texture cristallographique pour (a) une traction longitudinale, (b) une traction à 45° et (c) une traction transverse. Les simulations utilisent 2000 orientations cristallines. Les flèches indiquent une augmentation de l'acuité de la texture de fibre. Ces comparaisons montrent que plus une texture de fibre est prononcée, plus le niveau de contrainte selon l'axe de

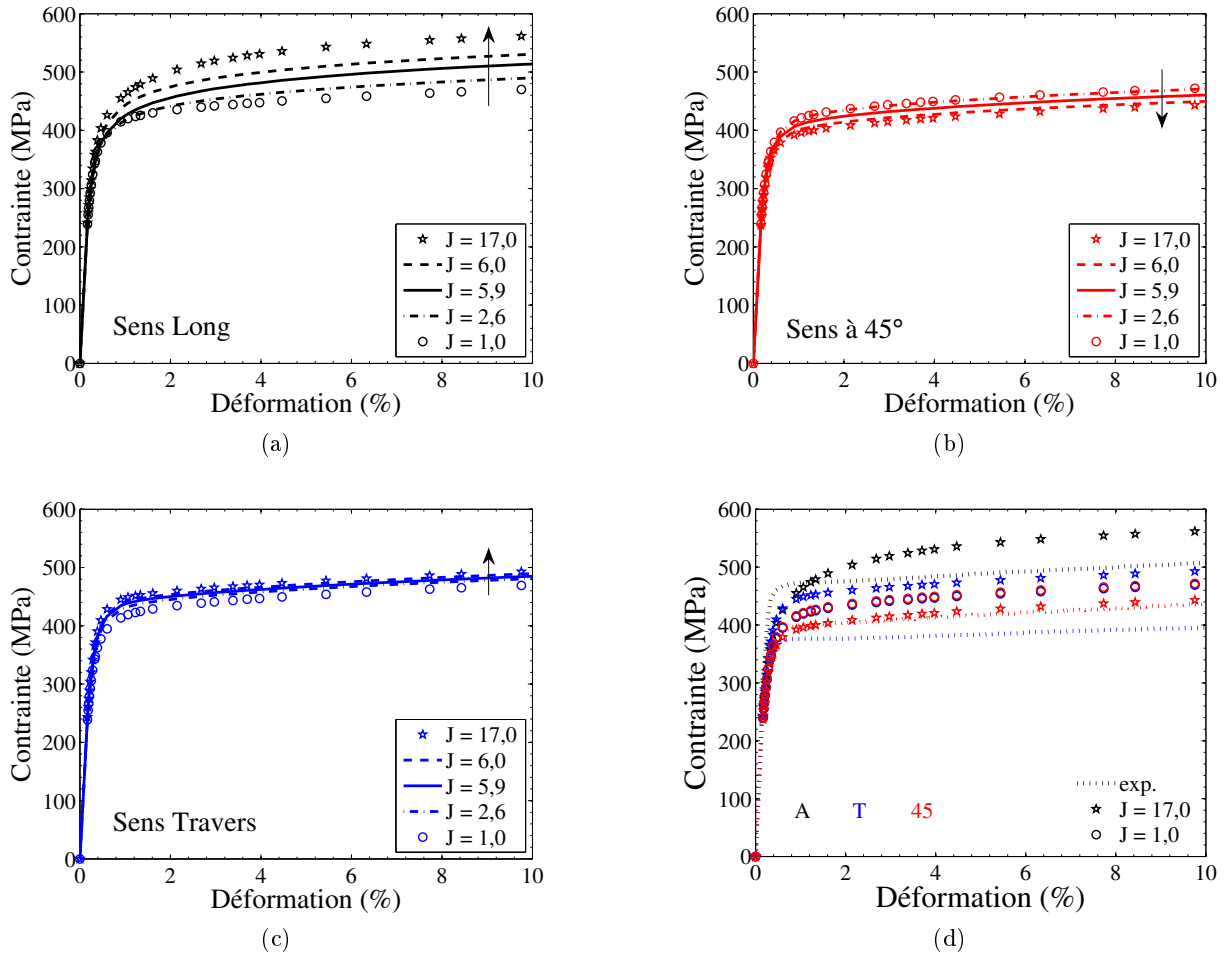


FIGURE 6.8 – Influence de la texture cristallographique sur l'anisotropie en contrainte en traction à 0° (a), 45° (b) et 90° (c) de la direction d'extrusion, pour une vitesse de déformation de  $10^{-3} \text{ s}^{-1}$ . Les différentes textures sont repérées par leur indice  $J$ . Les flèches indiquent l'effet d'un renforcement de la texture de fibre. (d) Anisotropie pour une texture isotrope ( $J = 1$ ) et une texture de fibre *parfaite* ( $J=17$ ).



cette fibre est importante. La direction transverse est également renforcée avec une augmentation de l'indice de texture, mais dans une moindre mesure. Enfin, l'effet de texture seul conduit à diminuer la résistance mécanique à  $45^\circ$  par rapport à une texture isotrope.

La figure 6.8d illustre l'anisotropie observée dans les cas extrêmes que sont une texture isotrope d'une part et une texture de fibre  $\{110\}$  parfaite<sup>a</sup> d'autre part. Ceci permet tout d'abord de constater que 2000 orientations décrivant une texture isotrope suffisent à avoir un comportement du polycristal effectivement isotrope. Contrairement à ce qui a été observé pour la texture de fibre *réelle* du matériau, une texture de fibre très prononcée ne fait pas apparaître de différence dans l'entrée en plasticité des directions longitudinale et transverse.

Ainsi, quelle que soit l'intensité de la texture de fibre  $\{110\}$ , la modélisation polycristalline auto-cohérente mise en place prévoit une résistance supérieure du matériau dans la direction transverse par rapport à une direction à  $45^\circ$  de la direction d'extrusion. Ceci ne correspond pas à ce qui a été observé sur la nuance J05 (quelle que soit la température). En revanche, la résistance mécanique du matériau apparaît supérieure dans la direction longitudinale, pourvu que la déformation soit supérieure à 2%. Ceci est en accord avec l'expérience. Dernier point, la texture n'introduit pas d'anisotropie en termes de pente d'écrouissage<sup>b</sup>.

D'autres simulations ont été réalisées avec l'introduction d'une seconde famille de systèmes de glissement  $\{112\}\langle 111 \rangle$  ou bien avec la version du modèle basée sur un écrouissage isotrope avec écrouissage latent, ou encore les deux à la fois. Les résultats ne sont pas présentés ici puisqu'ils conduisent exactement aux mêmes tendances que celles décrites ci-dessus. Ces alternatives ne permettent pas de remédier au(x) défaut(s) de prévision du modèle polycristallin mis en place.

### Influence de la morphologie des grains

La prise en compte de la texture cristallographique seule ne permet pas de rendre compte de l'anisotropie en contrainte observée sur la nuance J05. Pour remédier à cela, et apporter une explication à cette anisotropie, il semble nécessaire de prendre en compte la seconde source potentielle d'anisotropie mécanique : la morphologie des grains. Il existe plusieurs possibilités pour prendre en compte la morphologie des grains dans une modélisation auto-cohérente.

Il est possible de prendre en compte la morphologie des grains dans une modélisation auto-cohérente en modifiant la loi de localisation employée. Il faut pour cela y faire intervenir un tenseur d'Eshelby  $\mathbf{S}$  non plus isotrope – car associé à une inclusion sphérique – mais anisotrope (associé à une géométrie elliptique de l'inclusion). Cette option peut être discutée sur un plan théorique puisque la géométrie associée au tenseur d'Eshelby reflète plus précisément la distribution spatiale d'une phase donnée – c'est-à-dire la répartition spatiale des grains ayant une même orientation cristallographique – plutôt que la forme des grains elle-même [Bornert *et al.*, 2001a, Rupin, 2007]. Cette technique a cependant été adoptée par différents auteurs [Fandeur, 2001, Sai *et al.*, 2006, Rousselier *et al.*, 2009, Delannay *et al.*, 2009]. À cette redéfinition du tenseur d'Eshelby, ils associent également un tenseur du quatrième ordre  $\mathbf{D}$  remplaçant le paramètre scalaire  $D_{CP}$  de la loi de localisation en  $\beta$  (en l'absence du paramètre  $\delta_{CP}$ ). Les coefficients du tenseur  $\mathbf{D}$  (6 au minimum [Sai *et al.*, 2006]) doivent cependant être identifiés à partir d'essais réalisés dans différentes direc-

a. Chaque maille cristalline possède une direction  $\langle 110 \rangle$  exactement parallèle à l'axe de la fibre.

b. La rotation des grains n'est cependant pas prise en considération dans ces simulations.

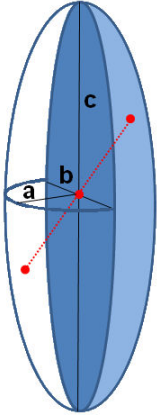
tions de chargement, en traction et cisaillement. Ils dépendent fortement de la base expérimentale utilisée pour la calibration [Rousselier *et al.*, 2009]. Lorsque de tels essais ne sont pas disponibles, ce qui est notre cas, ils peuvent être déterminés à partir d'une modélisation polycristalline par éléments finis par exemple. Une telle modélisation va être introduite dans la suite de ce chapitre afin d'évaluer sa capacité à reproduire le comportement du matériau étudié. En cas de succès, il sera alors envisageable d'introduire des tenseurs du quatrième ordre dans la loi de localisation du modèle d'homogénéisation afin de capturer les effets d'anisotropie, tout en conservant un temps de calcul limité par rapport aux méthodes à champs complets.

Une autre manière de prendre en compte la taille et la morphologie des grains consiste à introduire une ou plusieurs longueurs internes au sein même des équations micro-mécaniques du modèle. C'est la méthode retenue ici. Les équations décrivant l'évolution des variables d'écrouissage ont été modifiées afin d'introduire une loi phénoménologique de type Hall-Petch basée sur le concept de longueur d'un système de glissement. La modification des écrouissages cinématiques est indiquée par l'équation 6.8. Une dépendance en  $1/L^s$  est retenue afin d'amplifier l'influence de la longueur  $L^s$  du système de glissement par rapport à une loi de type Hall-Petch en  $1/\sqrt{L^s}$ .

$$\dot{x}_i^s = C_i \dot{\gamma}_p^s - D_i x_i^s |\dot{\gamma}_p^s| \quad \text{avec} \quad \frac{C_i}{D_i} = x_0 + \frac{k_{HP}^i}{L^s} \quad (6.8)$$

La valeur  $x_0$  sera choisie nulle et la valeur  $k_{HP}^i$  sera définie de telle sorte que les simulations réalisées précédemment correspondent au cas d'un grain sphérique d'un micromètre de diamètre.

La longueur  $L^s$  d'un système de glissement est définie comme la distance maximale sur laquelle une dislocation peut glisser avant d'être stoppée dans son mouvement par un joint de grain. Cette distance peut être déterminée lorsque la géométrie du grain est connue. Pour une géométrie ellipsoïdale, la longueur d'un système de glissement passant par le centre du grain est donnée par l'équation 6.10, en fonction des coordonnées du vecteur (unitaire) du glissement.



Un point est situé à l'intérieur d'un ellipsoïde dont les axes principaux mesurent  $2a$ ,  $2b$  et  $2c$  si ses coordonnées  $(x, y, z)$  dans le repère associé à l'ellipsoïde vérifient l'équation :

$$\frac{x^2}{a^2} + \frac{y^2}{b^2} + \frac{z^2}{c^2} \leq 1 \quad (6.9)$$

L'intersection entre ce volume et une droite passant par l'origine du repère et portée par un vecteur unitaire  $\vec{m}$ , de coordonnées  $(m_x, m_y, m_z)$  dans ce même repère, est un segment dont la longueur  $L$  vaut

$$L = \frac{2}{\sqrt{\frac{m_x^2}{a^2} + \frac{m_y^2}{b^2} + \frac{m_z^2}{c^2}}} \quad (6.10)$$

La figure 6.9a présente l'anisotropie de comportement prévue par le modèle pour une morphologie de grains issues des observations microstructurales, à savoir  $(2a, 2b, 2c) = (0,6 \mu\text{m}, 0,6 \mu\text{m}, 1,5 \mu\text{m})$ . Les autres coefficients du modèles sont restés inchangés par rapport aux précédentes simulations. Ils sont décrits dans le tableau 6.2. La figure 6.9b est identique à la figure 6.7. Elle

permet une comparaison directe entre les résultats obtenus avec et sans l'intervention d'une longueur interne. Il en résulte que la prise en compte d'un effet Hall-Petch conduit à une modification importante de l'anisotropie de comportement. Celle-ci est marquée par une résistance du matériau inférieure dans la direction longitudinale par rapport aux directions à  $45^\circ$  et  $90^\circ$ , dont les résistances mécaniques sont équivalentes.

La prise en compte d'un effet de forme de grain tel que décrit par l'équation 6.8 ne permet donc pas de se rapprocher d'une description convenable de l'anisotropie de comportement de la nuance J05. Par ailleurs, elle ne permet pas de valider l'hypothèse selon laquelle la forme des grains tendrait à rendre les directions transverse et longitudinale équivalentes en terme de résistance mécanique et de limite d'élasticité [Ratti, 2009].

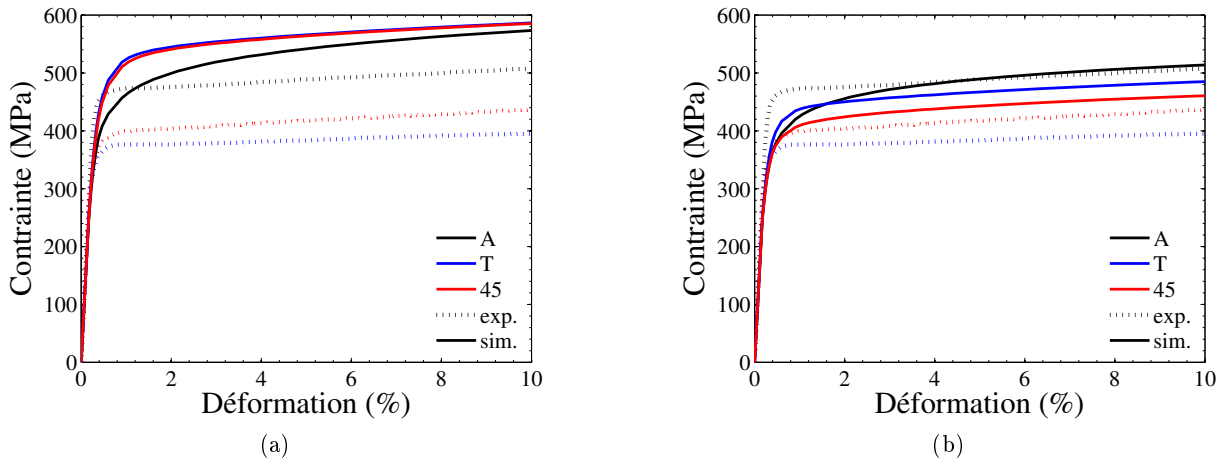


FIGURE 6.9 – Anisotropie mécanique prévue par le modèle PXH avec (a) et sans (a) prise en compte de la longueur des systèmes de glissement par l'intermédiaire de l'équation 6.8.

À ce stade, et malgré la prise en compte de différentes textures, de différentes familles de systèmes de glissement et d'une morphologie allongée des grains, le modèle d'homogénéisation polycristalline mis en place ne permet pas de reproduire l'anisotropie en contrainte observée sur la nuance J05.

### 6.2.5 Modélisation de l'anisotropie en déformation plastique

Les simulations examinées précédemment – dans l'optique de mettre en avant l'anisotropie en contrainte de la nuance J05 – permettent également d'évaluer l'anisotropie en déformation plastique du matériau, dont la détermination expérimentale a été présentée dans la section 5.1.3.

La figure 6.10 décrit l'évolution avec la déformation du coefficient de Lankford dans trois directions ( $R_{0^\circ}$ ,  $R_{45^\circ}$  et  $R_{90^\circ}$ ) et pour trois textures différentes. Les tracés présentés correspondent à une moyenne issue de 5 simulations contenant 2000 grains chacune. Il apparaît que l'évolution avec la déformation de chacun de ces coefficients dépend de la direction de sollicitation considérée et de la texture. Les valeurs de ces coefficients se stabilisent au-delà de 10% de déformation. Les

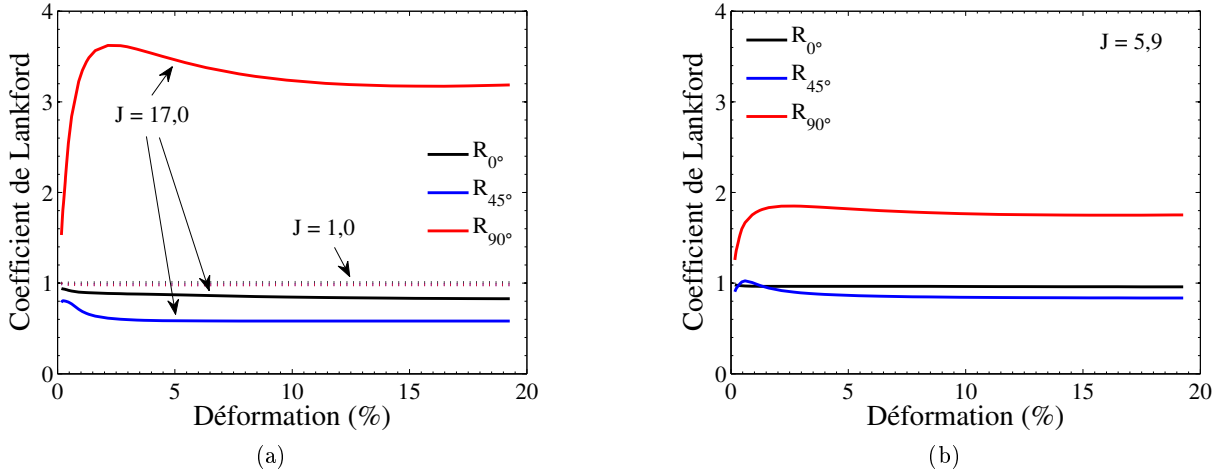


FIGURE 6.10 – Évolution des trois coefficients de Lankford en fonction de la déformation pour trois textures cristallographiques : (a)  $J = 1,0$  et  $J = 17,0$  et (b)  $J = 5,9$ .

traits en pointillés (superposés) de la figure 6.10a indiquent que pour une texture isotrope ( $J = 1$ ), aucune anisotropie en déformation plastique n'est constatée. En revanche, pour une texture de fibre issue des mesures EBSD ( $J = 5,9$ ) ou idéale ( $J = 17,0$ ), une anisotropie est constatée. Le matériau étant isotrope transverse, une valeur  $R_{0^\circ} = 1$  a été relevée expérimentalement pour une sollicitation longitudinale. Les simulations montrent qu'une valeur proche de 1 est bien issue de la modélisation polycristalline employée ici.

La figure 6.11a permet d'observer l'influence de la texture cristallographique sur les valeurs des coefficients de Lankford déduits du modèle PXH. Puisque leurs valeurs évoluent avec la déformation, mais se stabilisent au-delà de 10% de déformation, ce sont les coefficients de Lankford mesurés à 15% de déformation qui y sont présentés. L'influence de l'acuité de la texture de fibre apparaît clairement dans ce graphique. Pour une texture peu ou pas marquée, le comportement plastique du matériau est quasiment isotrope, avec des valeurs de  $R_{0^\circ}$ ,  $R_{45^\circ}$  et  $R_{90^\circ}$  proches de 1. Pour une texture plus marquée, ces valeurs s'écartent de la valeur 1, révélant une anisotropie de la déformation plastique. Celle-ci s'accroît avec l'indice de texture. Les figures 6.11a et 6.11b permettent une comparaison de ces résultats avec les mesures des coefficients de Lankford effectués à partir des déformations *post-mortem* des éprouvettes. Les traits pointillés horizontaux indiquent en effet les valeurs maximales et minimales des coefficients de Lankford mesurés sur des éprouvettes sollicitées respectivement à 650°C (figure 6.11a) et sur l'ensemble de la plage de températures (6.11b). Deux tendances principales sont retrouvées, à savoir  $R_{45^\circ} > 1$  et  $R_{90^\circ} < 1$ . Ceci indique que la hiérarchie en termes de déformations plastiques transverses à la sollicitation est respectée. On observe par ailleurs que les simulations réalisées à partir de la texture réelle du matériau ( $J = 5,9$ ) conduisent à des coefficients  $R_{45^\circ}$  et  $R_{90^\circ}$  plus élevés que ceux mesurés à 650°C. En se référant aux mesures réalisées sur l'ensemble des éprouvettes, l'accord est qualitativement meilleur. La dispersion importante des mesures (voir figure 5.8) empêche cependant une

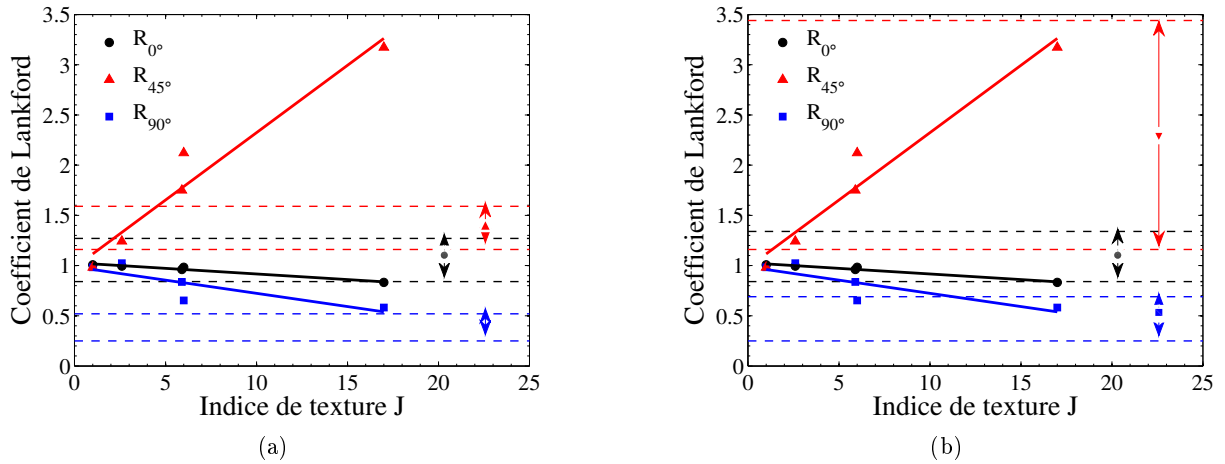


FIGURE 6.11 – Évolution des trois coefficients de Lankford en fonction de l'indice de texture. Les traits pointillés indiquent les domaines de variation des valeurs mesurées sur des éprouvettes sollicitées (a) à 650°C et (b) à toutes les températures (20°C – 750°C).

comparaison plus précise.

La figure 6.12a montre que la prise en compte d'une seconde famille de systèmes de glissement modifie de manière non négligeable les prévisions du modèle. Le rapport des déformations plastiques transverses pour une sollicitation à 45° :  $R_{45^\circ} = \varepsilon_{45^\circ}^p / \varepsilon_{T'}^p$ , est ainsi diminué de près d'un facteur deux. La prise en compte de la longueur des systèmes de glissement dans l'écroutissage du matériau telle que définie par l'équation 6.8 modifie radicalement les prévisions du modèle en termes d'anisotropie de déformation plastique. La valeur  $R_{45^\circ}$  est également fortement réduite, et la valeur  $R_{90^\circ}$  devient pour sa part supérieure à 1, ce qui ne correspond pas aux observations. Ainsi, il apparaît qu'aucune amélioration notable du modèle ne résulte de la prise en compte d'une seconde famille de systèmes de glissement ou bien de la longueur des systèmes de glissement.

### 6.2.6 Bilan

Une première modélisation polycristalline a été mise en place. Elle est basée sur des équations micro-mécaniques établies à l'échelle de chaque système de glissement. Des équations similaires à celles introduites dans la modélisation macroscopique du chapitre 4 ont été utilisées. Un schéma d'homogénéisation de type auto-cohérent donne accès au comportement macroscopique d'un polycristal. Ce modèle a permis d'évaluer l'influence de la texture cristallographique et du choix des systèmes de glissement sur le comportement du matériau. L'influence de la morphologie des grains a également été étudiée par l'introduction d'une longueur interne correspondant à la longueur des systèmes de glissement. Il s'avère au final que ce modèle n'est pas en mesure de reproduire correctement l'anisotropie en contrainte de la nuance J05 étudiée. La résistance mécanique accrue de la direction longitudinale est correctement reproduite, mais une inversion est observée en ce qui concerne l'entrée en plasticité du matériau ainsi que les résistances mécaniques à 45° et 90° de la

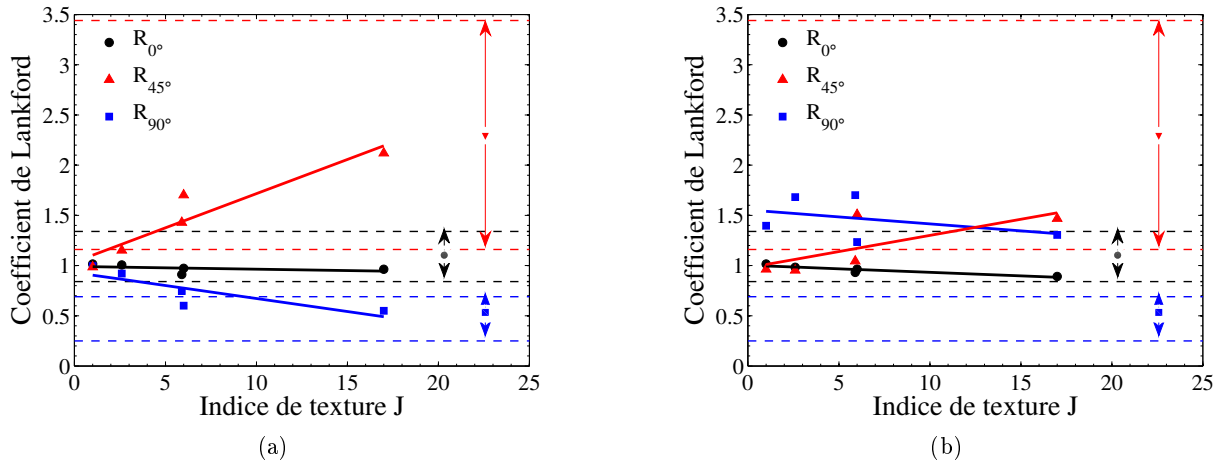


FIGURE 6.12 – Évolution des trois coefficients de Lankford simulés en fonction de l'indice de texture (a) pour une plasticité autorisée sur deux familles de plans de glissement et (b) avec un prise en compte de la longueur des systèmes de glissement.

direction d'extrusion. Aucune anisotropie en termes de pente d'écrouissage n'est prévue par le modèle, conformément à l'expérience. Une meilleure correspondance entre expérience et simulation est observée lorsque l'on s'intéresse à l'anisotropie en déformation plastique. La dispersion des résultats expérimentaux empêche une comparaison précise des résultats, mais cette étude montre l'influence importante que deux paramètres jouent en termes d'anisotropie plastique : l'intensité de la texture cristallographique ainsi que les plans de glissement autorisés.

### 6.3 Agrégats polycristallins et méthode des éléments finis

Le modèle d'homogénéisation décrit précédemment a montré que la prise en compte de la texture cristallographique seule ne permettait pas de reproduire les observations expérimentales en termes d'anisotropie en contrainte. Cette anisotropie étant cruciale dans la détermination du comportement en fluage en pression interne des nuances ODS, une alternative au modèle d'homogénéisation est proposée. Il s'agit d'une modélisation par éléments finis, basée sur les mêmes équations de plasticité à l'échelle locale (équations 6.1a à 6.1d). Ce modèle est un modèle de type CPFEM, pour *Crystal Plasticity Finite Element Modelling* [Barbe *et al.*, 2001a]. Bien plus coûteux en temps de calcul, il a cependant l'avantage de permettre une prise en compte directe des incompatibilités de déformation entre grains voisins. Alliée à une description morphologique des grains plus précise que dans le cas auto-cohérent, une meilleure description du comportement de la nuance ODS est attendue.

#### 6.3.1 Géométrie, conditions aux limites et type d'éléments

Les premières simulations par éléments finis ont été réalisées sur des agrégats polycristallins constitués de grains morphologiquement isotropes. Ceux-ci ont été générés de manière aléatoire en effectuant une partition de l'espace à l'aide de polyèdres de Voronoï (cf. figure 6.13a). Une géométrie périodique a par ailleurs été retenue afin d'appliquer des conditions aux limites elles-mêmes périodiques [Gérard *et al.*, 2009, Osipov *et al.*, 2008]. Dans ce formalisme, un point matériel situé

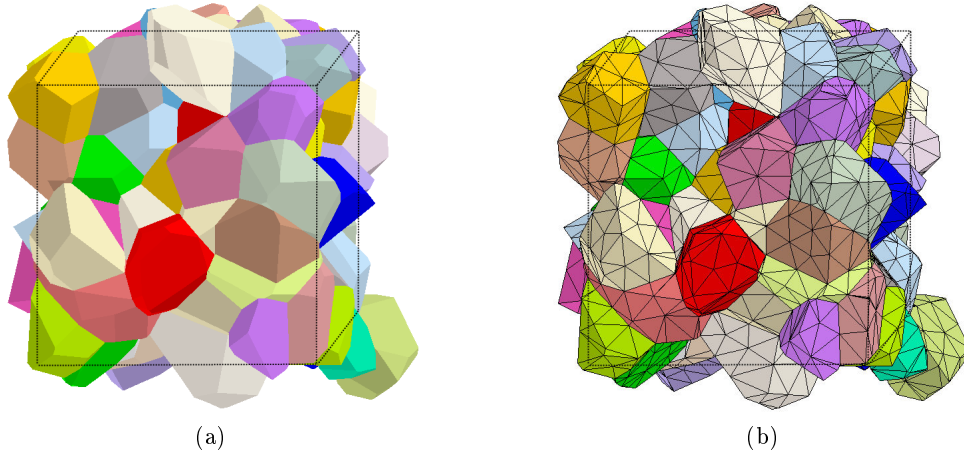


FIGURE 6.13 – (a) Agrégat de Voronoï périodique construit à partir d'une géométrie cubique et (b) maillage *éléments finis* associé.

en  $X$  subit un déplacement  $U(X)$  défini par l'équation 6.11. Cette expression fait intervenir le tenseur  $\underline{E}$  des déformations moyennes du polycristal et le champ de fluctuation  $v(X)$ , dont le gradient est en moyenne nul sur l'ensemble du domaine.

$$U_i(X) = E_{ij}X_j + v_i(X) \quad (6.11)$$

### Sensibilité au maillage

Une étude de sensibilité du comportement macroscopique du polycristal vis-à-vis de la finesse du maillage et du type d'éléments finis a été menée. Elle est présentée dans l'annexe B.2.1. Les éléments finis retenus sont des tétraèdres comprenant 4 points de Gauss<sup>a</sup> associés à des fonctions de forme quadratique. L'emploi d'éléments quadratiques permet d'utiliser des maillages possédant un nombre d'éléments relativement restreint, comme illustré par la figure 6.13b.

### Hétérogénéité des contraintes et déformations

Les figures 6.14 et 6.15 permettent de visualiser la déformation d'un agrégat au cours d'un essai de traction uniaxiale jusqu'à une déformation moyenne de 4%. Elles décrivent respectivement l'évolution de la contrainte locale (au sens de la contrainte équivalente de Von Mises) et de la déformation plastique locale (au sens de la déformation plastique équivalente). Ces figures mettent en avant l'hétérogénéité des états de contrainte et de déformation au sein de la matière.

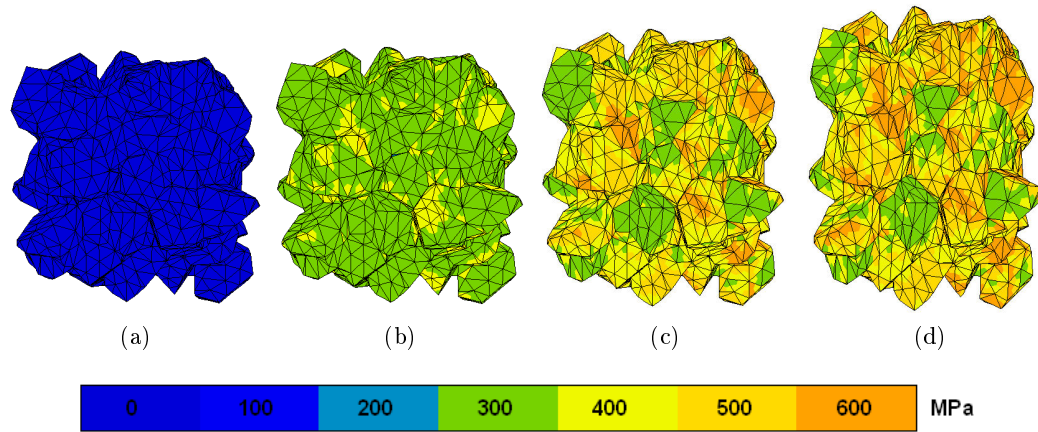


FIGURE 6.14 – Évolution de la contrainte équivalente de Von Mises au cours d'un essai de traction à  $10^{-3} \text{ s}^{-1}$  sur un agrégat de Voronoï comportant 100 grains. (a)  $t = 0 \text{ s}$ , (b)  $t = 4 \text{ s}$ , (c)  $t = 20 \text{ s}$ , (d)  $t = 40 \text{ s}$ . L'axe de traction est vertical. La déformation apparente du maillage est amplifiée d'un facteur 5.

L'hétérogénéité de déformation et de contrainte peut également être visualisée en observant le comportement de chaque grain pris individuellement. La courbe de comportement d'un grain donné peut en effet être déterminée en moyennant les contraintes et déformations (hétérogènes) au sein de ce grain. La figure 6.16a réunit le comportement en traction des 100 grains constituant le polycristal des figures 6.14 et 6.15. Ces comportements cristallins sont dispersés autour du comportement moyen du polycristal lui-même [Barbe *et al.*, 2001b]. Ce dernier correspond à la moyenne des comportements des grains, pondérée par leur fraction volumique. Il apparaît sur la figure 6.16a qu'une dizaine de grains présentent un comportement adoucissant. Ces grains

a. points d'intégration de la loi de comportement locale.



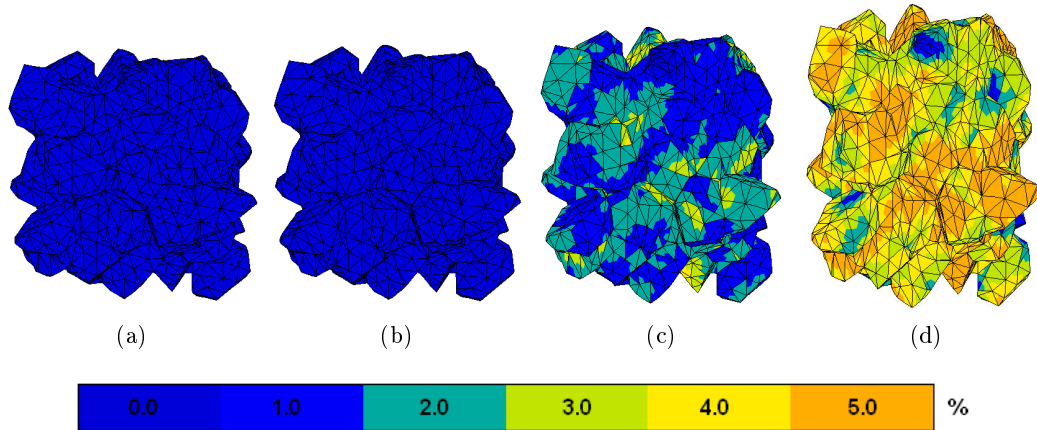


FIGURE 6.15 – Évolution de la déformation plastique équivalente au cours d'un essai de traction à  $10^{-3} \text{ s}^{-1}$  sur un agrégat de Voronoï comportant 100 grains. (a)  $t = 0 \text{ s}$ , (b)  $t = 4 \text{ s}$ , (c)  $t = 20 \text{ s}$ , (d)  $t = 40 \text{ s}$ . L'axe de traction est vertical. La déformation apparente du maillage est amplifiée d'un facteur 5.

subissent une déformation plastique importante qui conduit à une diminution de leur déformation élastique et donc de leur niveau de contrainte. On peut par ailleurs noter que les comportements des grains ne sont pas distribués selon une droite unique, comme cela est observé dans le cas d'une modélisation auto-cohérente employant une loi de localisation de type Berveiller-Zaoui (cf. figure 6.3).

La figure 6.16b illustre pour sa part la dispersion du comportement entre différentes simulations. Deux simulations diffèrent l'une de l'autre par la géométrie de l'agrégat et par les orientations cristallines retenues. Le nombre de grains ( $N_g = 100$ ) reste en revanche identique entre deux simulations, tout comme la texture cristallographique dans laquelle sont piochées les orientations cristallines. En termes de contrainte, les 20 courbes de traction présentées dans la figure 6.16b se dispersent de  $\pm 2\%$  autour du comportement moyen. Ce dernier s'avère très proche de celui déterminé à partir d'un agrégat contenant 1000 grains. En conséquence, le comportement prévu par le modèle *éléments finis* sera par la suite estimé par le biais du comportement moyen issu de 20 simulations comprenant 100 grains chacune, soit un total de 2000 grains.

### Première prévision de l'anisotropie de comportement

La mise en place d'une modélisation polycristalline par la méthode des éléments finis permet de prévoir l'anisotropie de comportement du matériau. L'anisotropie décrite par le modèle d'homogénéisation pour la texture de fibre réelle du matériau (figure 6.17a) peut ainsi être comparée à l'anisotropie prévue par le présent modèle pour cette même texture (figure 6.17b).

En ce qui concerne l'anisotropie en contrainte, des tendances similaires sont observées entre les deux modèles jusqu'à 1% de déformation. Les directions longitudinales et à  $45^\circ$  entrent en plasticité pour un même niveau de contrainte alors que la limite élastique conventionnelle trans-

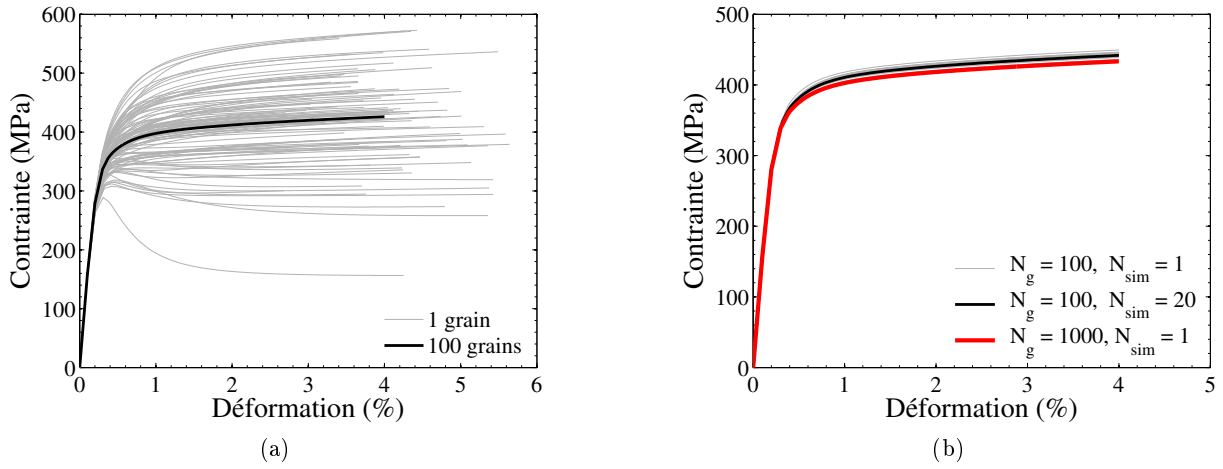


FIGURE 6.16 – Dispersion du comportement en traction. (a) Dispersion du comportement des grains autour du comportement moyen d'un polycristal. (b) Dispersion du comportement macroscopique observée pour 20 essais de traction sur polycristaux de 100 grains et comparaison du comportement moyen avec le résultat d'une simulation comprenant 1000 grains.

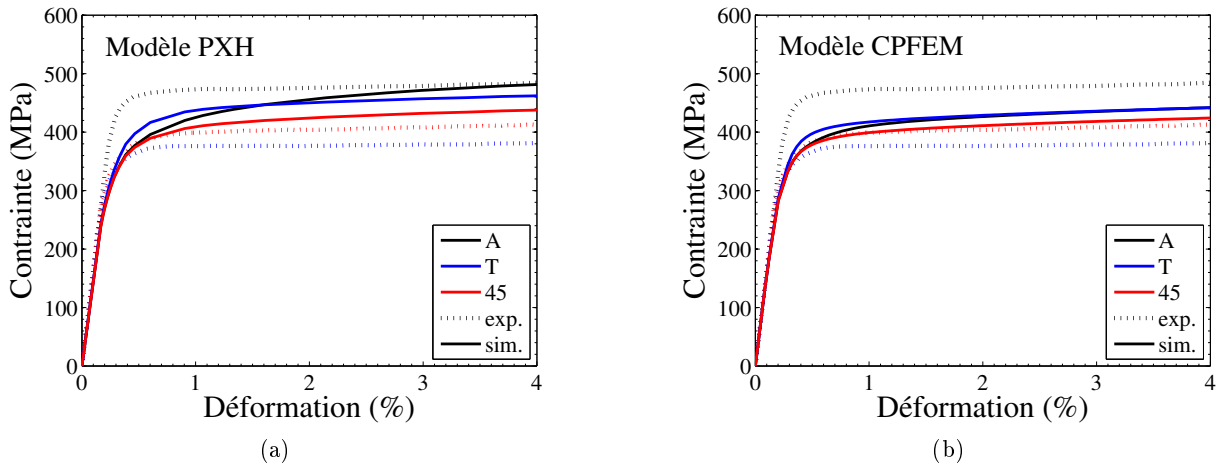


FIGURE 6.17 – Anisotropie mécanique prévue par les modélisations polycristallines (a) par homogénéisation et (b) par éléments finis pour une texture de fibre représentative de celle du matériau.

verse  $R_{p0,2\%}^T$  apparaît supérieure. La figure 6.17b montre que pour le modèle CPFEM, au-delà de 1% de déformation, la direction longitudinale devient aussi résistante que la direction transverse, sans pour autant la dépasser. Ceci marque une différence avec les prévisions du modèle d'homogénéisation. En revanche, les deux modèles prévoient tous deux une direction à 45° moins rigide. Les anisotropies issues des deux modèles en se basant sur une morphologie isotrope des grains et sur la texture de fibre réelle du matériau sont donc similaires. Elles échouent toutes deux à reproduire l'anisotropie expérimentale observée.

Il est par ailleurs intéressant de noter que quelle que soit la direction de sollicitation, le comportement du matériau apparaît plus rigide avec le modèle d'homogénéisation qu'avec le modèle *éléments finis*. L'annexe B.3.1 s'attache à expliquer cette différence en comparant les prévisions de ces deux modèles pour différentes lois de comportement cristallines. Au final, il apparaît que la loi de localisation de Berveiller et Zaoui employée dans le modèle d'homogénéisation surestime la rigidité du matériau (par rapport aux simulations par éléments finis) lorsque l'écroutissage décrit à l'échelle des systèmes de glissement est non-linéaire. C'est bien le cas dans les lois de plasticité cristalline employées ici.

### 6.3.2 Influence de la texture cristallographique

L'influence de l'acuité de la texture de fibre  $\{110\}$  peut également être étudiée avec le modèle *éléments finis*. Il suffit pour cela de réaliser des simulations en choisissant les orientations cristallines parmi l'une des 5 textures définies dans l'annexe C. Des conclusions identiques à celles obtenues avec le modèle d'homogénéisation peuvent être établies, à savoir :

- La simulation d'un total de 2000 grains dont les orientations sont tirées aléatoirement conduit à un comportement isotrope du matériau.
- L'emploi d'une texture de fibre  $\{110\}$  parallèle à la direction de filage rigidifie les directions longitudinale et transverse et adoucit la direction à 45°.
- L'effet est d'autant plus prononcé que l'indice de texture est important.

La figure 6.18 présente l'anisotropie décrite par chacun des deux modèles dans le cas extrême d'une texture de fibre  $\{110\}$  *parfaite*. Il apparaît que le calcul d'agrégats polycristallins par la méthode des éléments finis amoindrit l'effet de texture par rapport à la méthode d'homogénéisation. La figure 6.18b montre ainsi que même pour un indice de texture très élevé ( $J = 17$ ), le modèle CPFEM ne prévoit qu'une différence infime de comportement entre les directions axiale et transverse.

Les résultats obtenus en termes d'anisotropie de la déformation plastique sont présentés dans la figure 6.19. La figure 6.19b permet une comparaison avec les résultats issus du modèle d'homogénéisation. Les ordres de grandeur des trois coefficients s'avèrent identiques entre les deux modèles. Cette observation est valable quelle que soit l'intensité de la texture cristallographique. Bien que les ordres de grandeur soient les mêmes, les valeurs des coefficients de Lankford obtenus avec le modèle *éléments finis* sont plus proches de la valeur 1. Ceci indique une anisotropie en déformation plastique moins marquée que pour le modèle PXH. L'écart à l'isotropie, que l'on peut définir par  $|R_\theta - 1|$ , est en effet réduit d'environ 20%. La figure 6.19a permet de comparer les résultats obtenus avec les valeurs expérimentales des coefficients de Lankford. On peut ainsi noter

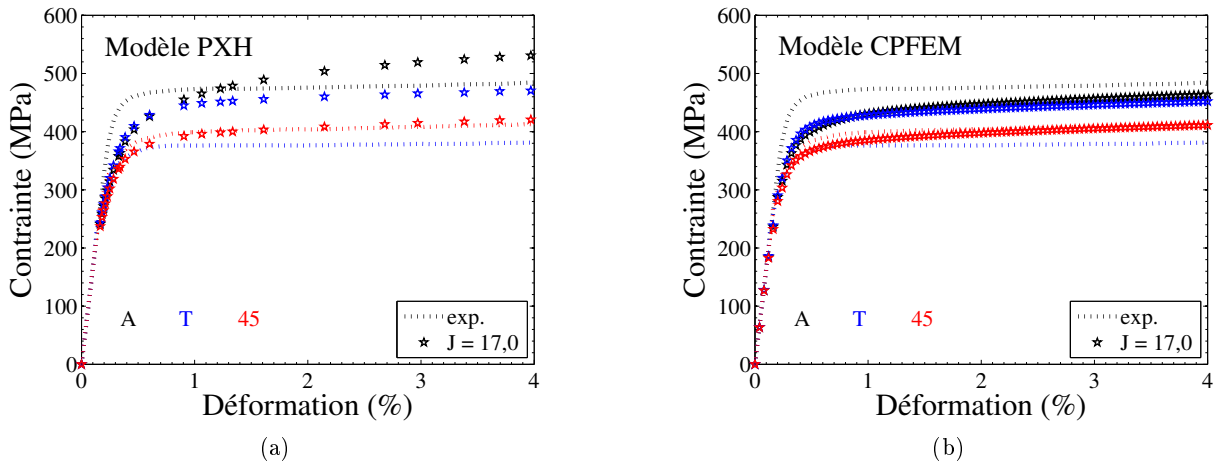


FIGURE 6.18 – Anisotropie mécanique prévue par les modélisations polycristallines (a) par homogénéisation et (b) par éléments finis pour une texture de fibre  $\{110\}$  *parfaite*.

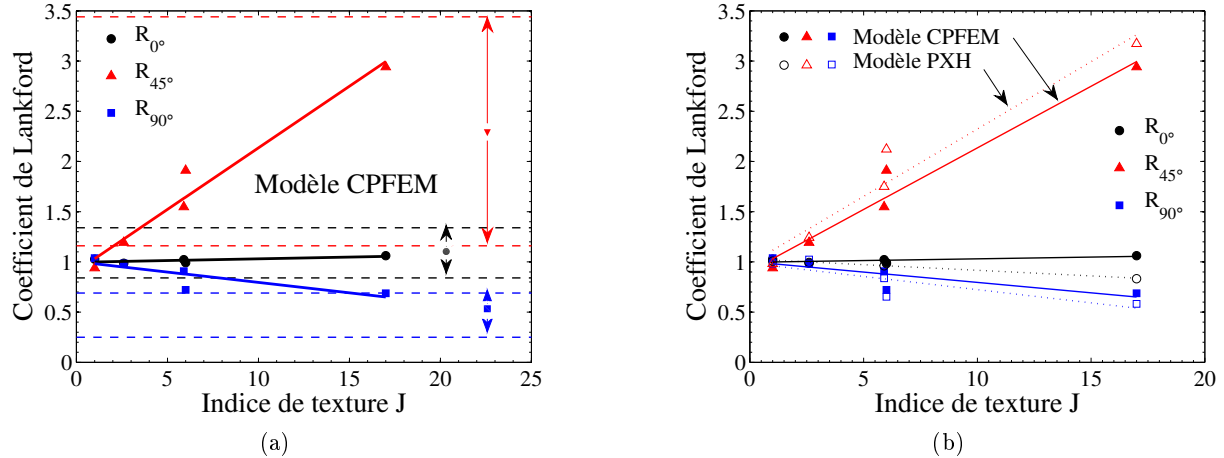


FIGURE 6.19 – (a) Évolution des trois coefficients de Lankford en fonction de l'indice de texture pour des essais de traction monotone simulés à l'aide du modèle *éléments finis* et pour des grains isotropes. Les traits pointillés indiquent la dispersion des valeurs mesurées sur des éprouvettes sollicitées entre 20°C et 750°C. (b) Comparaison avec les prévisions du modèle PXH.

que l'anisotropie en déformation plastique qui apparaît au cours d'une sollicitation transverse, et qui est donc caractérisée par le coefficient  $R_{90^\circ}$ , n'est pas convenablement estimée par le modèle mis en place pour une texture de fibre d'intensité  $J \sim 6$ .

Lorsque la morphologie des grains considérés est isotrope, les résultats obtenus dans le cadre de simulations par la méthode des éléments finis ne correspondent pas à l'anisotropie du matériau étudié. L'influence de la texture cristallographique apparaît similaire à celle observée par le biais du modèle d'homogénéisation précédemment introduit. En termes de contrainte comme en termes de déformation plastique, l'anisotropie est cependant moins marquée dans le cas de la modélisation polycristalline par éléments finis. Ceci traduit probablement le fait que la méthode des éléments finis décrit une accommodation parfaite de la déformation au niveau des joints de grains, ce qui n'est pas le cas dans le modèle d'homogénéisation.

### 6.3.3 Influence de la morphologie des grains

Afin d'observer l'influence de la morphologie sur le comportement du matériau, deux familles de maillage ont été développées. La première permet de prendre en compte différentes valeurs du facteur de forme des grains, jusqu'ici limité à la valeur 1. La seconde tente de se rapprocher de la microstructure réelle de l'acier ODS ferritique étudié. Dans les simulations associées à chacune de ces deux géométries virtuelles, seule la forme des grains est prise en compte. La taille des grains n'intervient pas. Pour la prendre en compte il faut introduire une longueur interne, comme cela a été fait précédemment de manière empirique dans le modèle PXH. D'autres types de modélisation s'attachent à décrire le gradient de plasticité lié par exemple à la présence de dislocations près des joints de grains [Evers *et al.*, 2004, Cordero *et al.*, 2012]. Ils sont alors en mesure de rendre compte d'un effet de la taille de grain.

#### Agrégats de Voronoï anisotropes

L'influence du rapport de forme des grains, noté ici GAR pour *Grain Aspect Ratio*, a été étudiée en réalisant une série de simulations sur des agrégats de Voronoï anisotropes. La géométrie de ces agrégats est présentée dans la figure 6.20. Ils ont été réalisés en appliquant une transformation affine aux maillages isotropes. Cette déformation peut être définie par  $(x, y, z) \rightarrow (x, y, GAR * z)$ , la direction  $z$  correspondant à la direction d'extrusion. La valeur  $GAR = 1$  correspond au cas de grains isotropes précédemment étudié. La valeur  $GAR = 3$  correspond à la valeur issue de l'analyse de la taille des grains présentée dans le chapitre 2. Les valeurs  $GAR = 5$  et  $GAR = 10$  ont été définies pour évaluer l'influence de facteurs de forme plus élevés.

Les simulations réalisées ont permis d'étudier l'influence combinée du facteur de forme et de la texture cristallographique. Les graphiques présentés dans la figure 6.21 montrent que la modification du facteur de forme ne permet pas de retrouver l'anisotropie en contrainte observée expérimentalement. Pour une texture de fibre réelle ( $J = 5,9$ ), le passage d'agrégats constitués de grains isotropes ( $GAR = 1$ ) à des agrégats constitués de grains fortement allongés ( $GAR = 10$ ) ne modifie qu'à la marge le comportement en traction du matériau. Une telle modification de la morphologie des grains ne permet pas d'inverser les prévisions du modèle pour reproduire la hiérarchie des comportements observée expérimentalement. En considérant le cas extrême d'une texture de fibre parfaite ( $J = 17$ ) associée à des grains fortement allongés ( $GAR = 10$ ), les mêmes

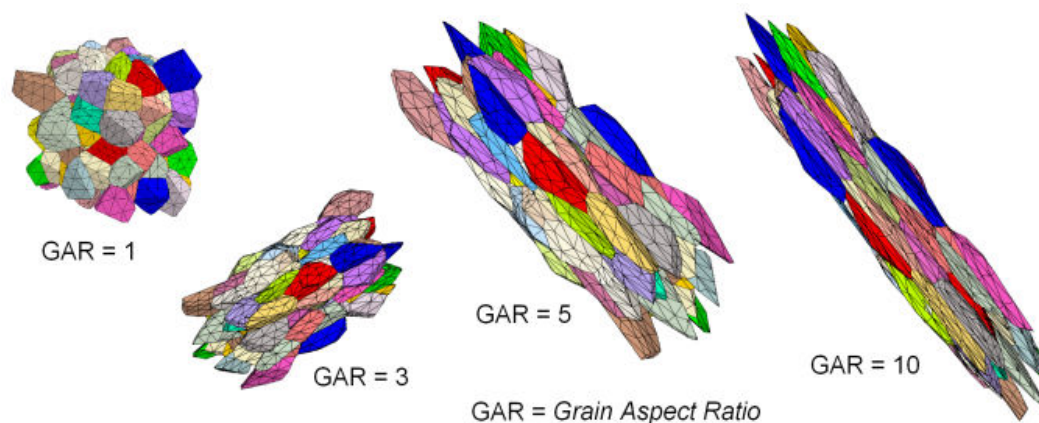


FIGURE 6.20 – Agrégats de Voronoï anisotropes permettant d'évaluer l'influence du facteur de forme sur l'anisotropie du matériau.

conclusions sont obtenues. Le comportement du matériau dans la direction à  $45^\circ$  apparaît adouci, et l'anisotropie observée expérimentalement n'est une fois de plus pas retrouvée.

L'influence du facteur de forme des grains apparaît négligeable vis-à-vis de l'anisotropie en contrainte. Elle est en revanche notable en ce qui concerne l'anisotropie de la déformation plastique. La figure 6.22a permet de comparer l'évolution des coefficients de Lankford du matériau dans trois directions en fonction de l'indice de texture. Elle contient les prévisions du modèle CPFEM à la fois pour des grains isotropes et pour des grains dont le facteur de forme vaut 3. Ce changement de morphologie des grains laisse quasiment inchangée la prévision du modèle pour des sollicitations en traction à  $0^\circ$  et  $45^\circ$  de la direction d'extrusion. En revanche, l'anisotropie constatée pour une sollicitation transverse augmente, ce que traduit la diminution du coefficient de Lankford associé,  $R_{90^\circ}$ , qui est inférieur à 1. Cette anisotropie accrue va dans le sens des mesures effectuées :  $R_{90^\circ}$  compris entre 0,3 et 0,7.

La figure 6.22b montre l'influence d'une nouvelle augmentation du facteur de forme. Pour  $\text{GAR} = 5$ ,  $R_{90^\circ}$  continue à décroître. De son côté,  $R_{45^\circ}$  s'accroît, traduisant une augmentation de l'anisotropie en déformation plastique pour une sollicitation à  $45^\circ$  de la direction d'extrusion. Cette augmentation du coefficient  $R_{45^\circ}$  conduit à l'observation de valeurs bien supérieures à celles mesurées expérimentalement (entre 1,2 et 1,6 à  $650^\circ\text{C}$  et entre 1,5 et 2,9 à  $20^\circ\text{C}$ ). Cet accroissement de l'anisotropie en déformation plastique avec l'augmentation du facteur de forme des grains est confirmé par les simulations réalisées pour  $\text{GAR} = 10$ , non présentées ici.

### Agrégats colonnaires

Puisqu'un effet de la forme des grains a été constaté sur l'anisotropie des déformations plastiques, des simulations se basant sur 4 nouvelles microstructures virtuelles ont été réalisées. Ces 4 microstructures, notées A,B,C et D, sont présentées dans la figure 6.23.

- Microstructure A : agrégat colonnaire constitué de grains infiniment longs du fait des condi-

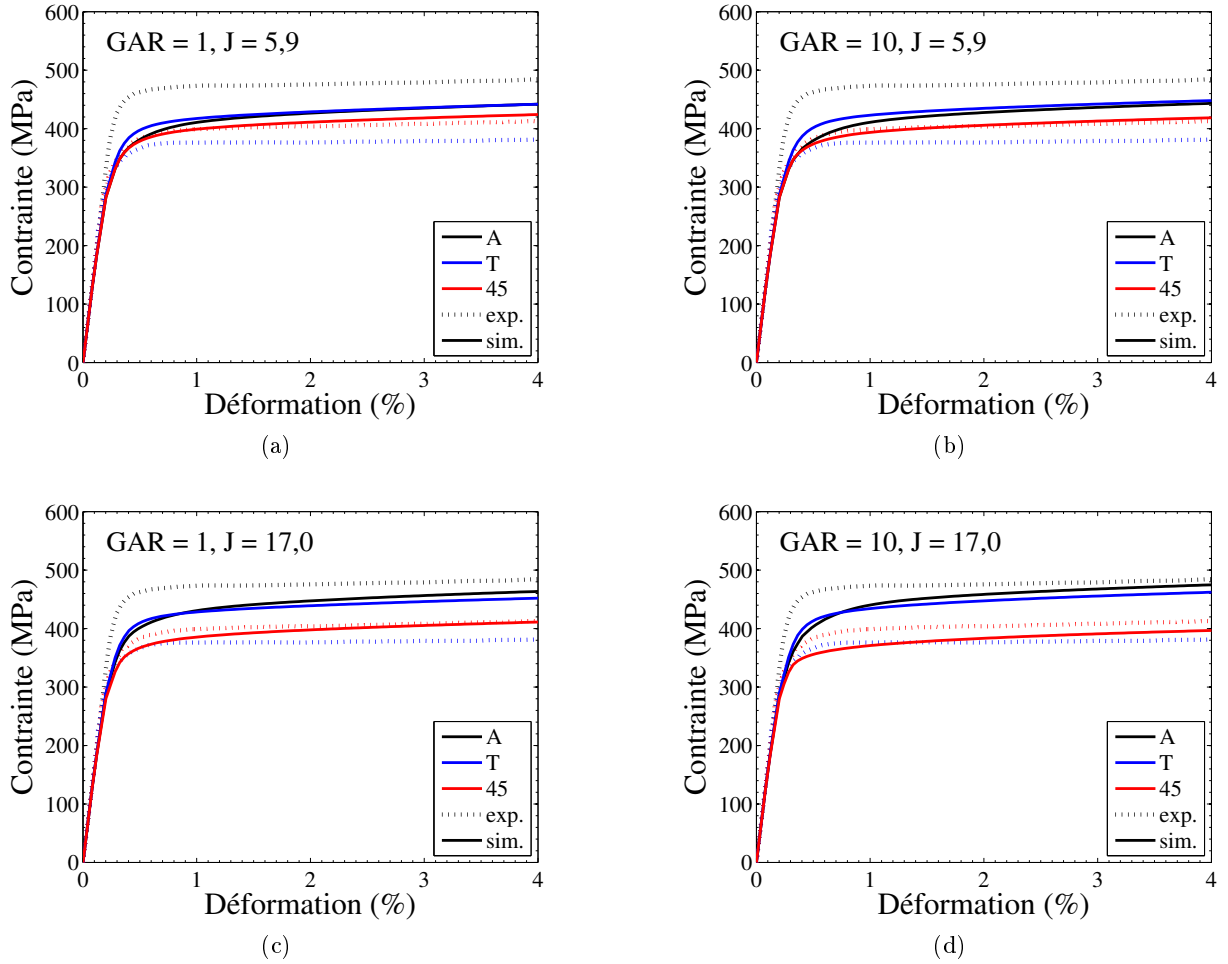


FIGURE 6.21 – Anisotropie mécanique issue du modèle CPFEM pour deux textures de fibre  $\{110\}$  (texture réelle,  $J = 5,9$ , et texture parfaite,  $J = 17,0$ ) ainsi que pour deux valeurs du facteur de forme ( $GAR = 1$  et  $GAR = 10$ ).

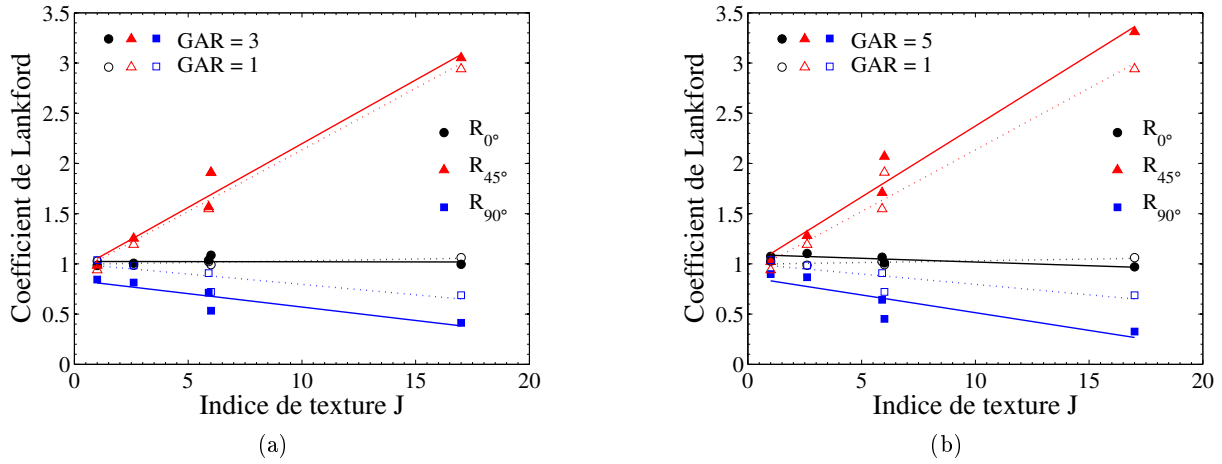


FIGURE 6.22 – Évolution des trois coefficients de Lankford en fonction de l'indice de texture. Modèle *éléments finis* associé à différentes morphologies des agrégats. (a) GAR = 1 et (b) GAR = 1 et 5.

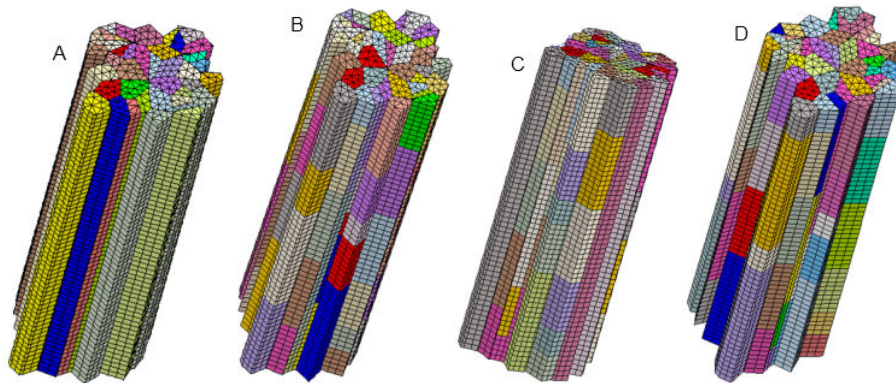


FIGURE 6.23 – Agrégats colonnaires s'approchant de la microstructure réelle du matériau.



tions aux limites périodiques employées.

- Microstructure B : agrégat colonnaire constitué de grains dont le facteur de forme est compris entre 1 et 4 (moyenne 2,5).
- Microstructure C : agrégat colonnaire possédant quelques grains infiniment longs, les autres possédant un facteur de forme compris entre 1 et 5.
- Microstructure D : agrégat colonnaire possédant des grains relativement allongés ( $GAR = 5$ ) alignés les uns en dessous des autres.

Les résultats des simulations menées avec les agrégats de la figure 6.23 sont présentés dans la figure 6.24. Ils correspondent aux moyennes issues de 20 tirages d'orientations pour chaque agrégat. La texture de fibre retenue est la texture de fibre réelle du matériau. Ces nouvelles simu-

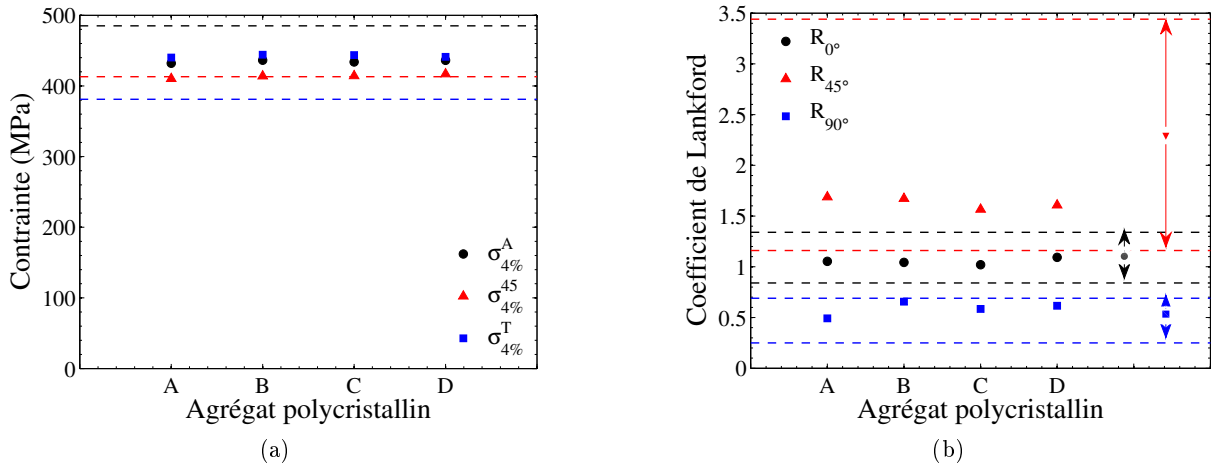


FIGURE 6.24 – Évolution (a) de la contrainte à 4% de déformation et (b) des coefficients de Lankford en fonction de la géométrie de l'agrégat retenu pour la simulation par éléments finis.

lations ne font que confirmer les tendances précédemment observées. Il s'avère tout d'abord que l'agencement et la forme des grains n'a qu'une influence négligeable sur l'anisotropie en contrainte du matériau et ne permet pas de retrouver les tendances expérimentales. Ceci est visible sur la figure 6.24a qui présente le niveau de contrainte moyen à 4% de déformation en fonction du type de microstructure virtuelle. La figure 6.24b montre pour sa part que l'anisotropie en déformation plastique est plus sensible à l'agencement et à la forme des grains. La dispersion très importante des résultats expérimentaux ne permet cependant pas de déterminer quelle microstructure virtuelle apporte la meilleure cohérence avec les mesures.

## 6.4 Conclusion

Dans ce sixième chapitre, deux modélisations polycristallines différentes ont été développées afin de reproduire l'anisotropie de la nuance ODS étudiée. L'objectif était de déterminer les rôles respectifs de la texture cristallographique et de la texture morphologique sur les anisotropies –

en contrainte, en déformation plastique – du matériau.

Après une introduction générale des méthodes de modélisation polycristalline, un premier modèle d'homogénéisation auto-cohérente a été introduit. Il s'agit du modèle PXH. Il a été développé en s'inspirant des équations utilisées dans la modélisation macroscopique présentée dans le chapitre 4. Une loi de localisation de type Berveiller-Zaoui a été employée, et remplacée par une loi en  $\beta$  dans le cas de sollicitations cycliques. Une première étape d'identification des paramètres du modèle a été menée en se basant sur les caractérisations mécaniques longitudinales du matériau, en traction et en fatigue. Les résultats obtenus montrent la difficulté de reproduire correctement l'entrée en plasticité relativement brutale du matériau. Après cette étape d'identification, l'influence de la texture cristallographique sur l'anisotropie du matériau a été évaluée. Ceci a été rendu possible grâce à une analyse précise de la texture du matériau et à la génération de textures cristallographiques *modèles* décrivant une fibre  $\{110\}$  plus ou moins prononcée. Ce travail est présenté dans l'annexe C. Les simulations menées avec le modèle PXH montrent ainsi qu'une texture de fibre conduit bien à un comportement anisotrope du matériau. Plus la texture de fibre retenue pour les simulations est prononcée, plus l'anisotropie du matériau est marquée. En revanche, l'anisotropie prévue par le modèle ne correspond pas à l'anisotropie en contrainte observée expérimentalement. En ce qui concerne l'anisotropie de la déformation plastique, le modèle conduit à des valeurs des coefficients de Lankford de l'ordre de grandeur de ceux qui ont été mesurés pour les deux textures de fibre les plus prononcées. Différentes configurations ont pu être testées à l'aide du modèle PXH (introduction d'une seconde famille de systèmes de glissement, prise en compte de la longueur des systèmes de glissement) sans aboutir à des prévisions plus proches des observations expérimentales.

Pour confirmer les prévisions du modèle PXH et pour prendre en compte de manière plus précise l'effet de la morphologie des grains, un second modèle a été développé. Le modèle CPFEM est une modélisation polycristalline effectuée par la méthode des éléments finis. Ce type de simulation donne accès aux champs de contrainte et de déformation locaux et permet de s'affranchir de l'approximation associée aux méthodes à champs moyens. L'utilisation d'écrouissages non-linéaires à l'échelle des systèmes de glissement sort du cadre dans lequel la loi de localisation de Berveiller et Zaoui a été établie. L'approximation ainsi faite résulte d'une surestimation de la rigidité du matériau du modèle PXH par rapport au modèle CPFEM. Ceci a été étudié en détail dans l'annexe B.3.1. Malgré cette déviation, les premiers résultats obtenus avec le modèle *éléments finis* ont confirmé les tendances issues du modèle PXH. La principale différence observée entre les deux modèles en termes d'anisotropie concerne la résistance mécanique longitudinale, simplement équivalente à la résistance transverse dans le cas du modèle CPFEM. Par la suite, les influences combinées de la texture cristallographique, de la forme et de l'agencement des grains et du type d'élasticité (isotrope ou cubique) ont été étudiées en se basant sur différents maillages polycristallins et sur les différentes textures cristallographiques précédemment introduites. Ceci a permis de mettre en évidence une influence notable de la forme de grains sur l'anisotropie de déformation plastique du matériau. En revanche, le modèle CPFEM développé ne permet pas plus que le modèle PXH de reproduire l'anisotropie de comportement mécanique de la nuance ODS ferritique étudiée. Raffiner le modèle d'homogénéisation par l'insertion d'un tenseur d'Eshelby anisotrope apparaît donc à ce stade prématuré.

Ce double travail de modélisation a permis une étude quasi-exhaustive de l'influence de la

texture et de la forme des grains sur le comportement d'un matériau métallique. Il s'avère cependant incapable de reproduire le comportement de la nuance ODS étudiée. Ce désaccord indique que la physique du modèle n'est pas suffisante. D'autres phénomènes physiques devront donc à l'avenir être pris en compte dans la modélisation. Ils sont évoqués dans la discussion qui suit.

# Discussion

L'étude présentée dans ce mémoire a abordé un grand nombre de points concernant le comportement mécanique des aciers ferritiques renforcés par dispersion d'oxydes. Un certain nombre d'interrogations restent en suspens et méritent d'être discutées plus en détail.

## *Représentativité de la nuance J05*

La nuance J05 a été élaborée par extrusion à chaud, sous la forme d'une barre pleine. Ce mode de consolidation est, à l'heure actuelle, le procédé de fabrication le plus répandu pour des applications de gainage combustible. Les nuances ODS ferritiques développées au cours de ces dernières années ayant par ailleurs des compositions similaires les unes aux autres, elles ont de fortes similitudes en termes de microstructure : taille et forme des grains, texture cristallographique, densité de dislocations, taille des nano-renforts. De cette similarité de microstructure, découle une similarité (partielle) des propriétés mécaniques. Les nombreuses caractérisations mécaniques disponibles en traction longitudinale, et dans une moindre mesure en fluage longitudinal, montrent en effet que ces différentes nuances ont des propriétés mécaniques semblables. Cependant, les paramètres précis employés au cours de l'élaboration (température d'extrusion, température de la presse, vitesse d'extrusion, rapport de réduction. . .) influencent la microstructure des matériaux extrudés [Couvrat, 2011]. Chaque fabricant ou chaque laboratoire définissant ses propres paramètres, cela conduit à de petites différences de microstructure pouvant rendre compte de certaines différences de comportement mécanique. En termes d'anisotropie du comportement mécanique, il a ainsi été montré qu'aucune tendance claire ne se dégage des données disponibles dans la littérature, si ce n'est la faible ductilité de ces matériaux lorsqu'ils sont sollicités dans la direction transverse. Le fait qu'aucune tendance ne puisse être mise en évidence s'explique probablement d'une part par le fait qu'avant celle-ci, très peu d'études se sont intéressées de manière approfondie à l'anisotropie de ces matériaux et que, d'autre part, cette dernière doit être relativement sensible aux paramètres d'élaboration.

## *Mécanismes de déformation*

Plusieurs mécanismes de déformation ont été évoqués afin de rendre compte de la résistance mécanique des aciers ODS : différents types d'interactions directes entre dislocations et nano-renforts, renforcement par les joints de grains, rôle de la forêt de dislocations, rôle des éléments en solution solide. . . Cette étude, qui porte sur une unique nuance, a mis en évidence la stabilité de la microstructure après une sollicitation de fatigue à 650°C et l'absence d'évolution notable de la

densité de dislocations. En revanche, elle n'a pas permis d'indiquer que tel mécanisme de renforcement était prépondérant sur tel autre. À l'heure actuelle, il n'y a pas de consensus clair à ce sujet dans la littérature. Certaines études indiquent par exemple que l'effet du renforcement direct par les nano-renforts intervient à une température élevée, au-delà de 900°C [Wasilkowska *et al.*, 2003], alors que d'autres concluent qu'il est maximal entre 20°C et 400°C [Kim *et al.*, 2012b]. D'autre part, certains travaux indiquent que le renforcement est principalement lié à un effet de taille de grains [Couvrat, 2011, Kim *et al.*, 2012c] alors que d'autres privilégient le renforcement direct par les nano-renforts comme la principale cause de la résistance des aciers ODS [Zhong, 2012].

Les éléments nouveaux mis en évidence au cours de cette étude concernent la nature (au sens mécanique) des mécanismes de déformations des aciers ODS, ainsi que leur dépendance à la vitesse de sollicitation. Dans un premier temps, le dépouillement des essais de fatigue réalisés à 550°C et 650°C a montré la prépondérance de l'écrouissage cinématique. Sur cette base, un modèle de comportement macroscopique a été développé. Sa capacité à rendre compte du comportement en traction, en fluage, en fatigue, et en relaxation de la nuance J05 à haute température confirme l'importance de la contribution cinématique à la contrainte d'écoulement. En revanche, ce modèle ne permet pas d'indiquer quel mécanisme est responsable de cette contribution cinématique, ni même quelle en est l'origine, intergranulaire ou intragranulaire. Les origines physiques d'une telle contribution peuvent être multiples. Il peut s'agir d'un empilement de dislocations sur les joints de grains [Schneibel *et al.*, 2011, Kim *et al.*, 2012c], ou bien sur les nano-renforts [Robertson et Gururaj, 2011], ou encore d'un franchissement d'un renfort par une dislocation laissant une boucle de dislocation au niveau de la particule [Xiang et Srolovitz, 2006, Robertson et Gururaj, 2011]. Le fait que le modèle de comportement macroscopique développé comporte trois variables d'écrouissage cinématique peut être le signe que plusieurs longueurs caractéristiques sont en jeu : distance moyenne entre particules, entre dislocations, ou encore entre joints de grains. L'autre point souligné par le modèle macroscopique mis en place au chapitre 4 est le rôle de la restauration statique. Celle-ci permet en effet de prévoir un comportement en fluage proche de celui observé expérimentalement. A minima, une relaxation d'une partie de la contribution cinématique doit avoir lieu. Physiquement, elle peut être interprétée comme le franchissement d'un obstacle rendu possible par diffusion et qui conduit à une diminution ou à une disparition d'un empilement adossé à cet obstacle.

Outre la nature principalement cinématique de la contrainte, le second point important qui ressort de cette étude est l'existence de différents modes de déformation dépendant du niveau de contrainte qui s'exerce sur le matériau. Les deux résultats expérimentaux qui soulignent cela sont les essais de traction et de fluage d'une part, et les essais de relaxation d'autre part. Concernant le fluage, il apparaît que le tracé de la vitesse de déformation en fonction de la contrainte, conduit à une courbe en « S » (cf. figure 3.8b). Celle-ci est obtenue en réunissant les données de fluage à 650°C, 700°C, 750°C, 800°C et 900°C et de traction à 550°C, 650°C et 750°C et en s'affranchissant de l'évolution avec la température grâce au coefficient de diffusion en volume et au module d'Young du matériau. Selon Rösler *et al.* ce type de courbe indique que trois mécanismes sont en jeu [Rösler *et al.*, 1992] et que l'exposant de contrainte le plus élevé, c'est-à-dire la partie centrale de la courbe, correspond au renforcement lié aux nano-particules et à l'effet de contrainte seuil qui lui est associé. La forte inhibition du fluage de type diffusionnel observé à plus faible contrainte serait liée soit à la présence de nombreux renforts au niveau des joints de grains, soit à une très

faible densité de dislocations *coin* limitant ainsi la quantité de lacunes disponibles pour le fluage *diffusion*. Une courbe en « S » dans un diagramme  $\dot{\varepsilon}$  -  $\sigma$  n'est cependant pas une singularité des aciers ODS. Ce type de tracé est également observé sur des matériaux au sein desquels les dislocations sont amenées à interagir avec des solutés. C'est notamment le cas des alliages de zirconium [Graff, 2006], de titane [Garde *et al.*, 1972] ou de certains aciers [Kang *et al.*, 2006]. Pour ces matériaux, il est possible d'identifier deux mécanismes de déformation en compétition : un mécanisme à basse contrainte / faible vitesse de déformation pour lequel les dislocations sont fortement ralenties par certains éléments en solution, et un régime haute contrainte / vitesse de déformation élevée pour lequel le mouvement des dislocations n'est quasiment pas influencé par ces derniers. Ceci est illustré par la figure 6.25. La compétition entre ces deux mécanismes donne alors lieu à un domaine de transition pour lequel la relation entre vitesse de déformation et niveau de contrainte n'a pas d'interprétation simple, notamment en terme d'exposant de Norton. Le comportement du matériau dans ce domaine résulte du mouvement individuel de chaque dislocation, qui peut être soit lent, soit rapide. À ces comportements individuels peuvent également se superposer des mouvements collectifs des dislocations, voire une éventuelle hétérogénéité de déformation du matériau [Merceron, 2000]. Une localisation partielle de la déformation peut hypothétiquement être à l'origine d'une entrée en plasticité *brutale*, telle qu'observée sur la nuance J05. Identifiée en fluage à différentes températures, cette relation particulière entre vitesse de déformation et contrainte a également été observée sur la nuance J05 suite aux essais de relaxation.

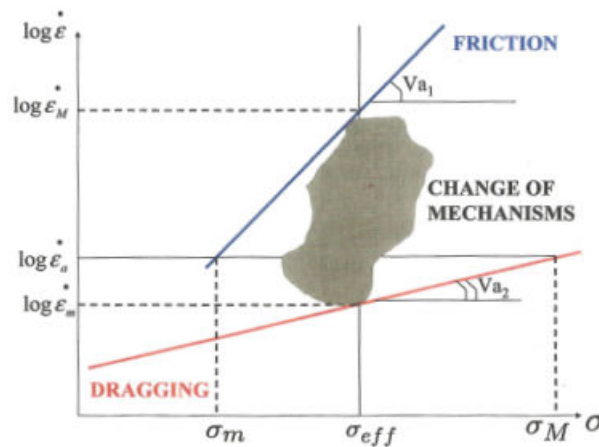


FIGURE 6.25 – Diagramme schématique illustrant les deux mécanismes de déformation observés dans des alliages de zirconium [Graff, 2006].

#### Origine du pic de ductilité observé en traction à 600°C

Les résultats de traction ont mis en évidence un pic de ductilité pour la nuance J05 vers 600°C. Ce pic de ductilité a été corrélé à un pic de sensibilité à la vitesse de déformation. Bien que le maximum de la sensibilité  $m$  à la vitesse de déformation ne soit que de 0,15 et que les

allongements à rupture du matériau restent inférieurs à 40%, la notion de déformation superplastique localisée aux joints de grains paraît séduisante pour expliquer cette augmentation de la ductilité avec la température jusqu'à 600°C [Sabirov *et al.*, 2009]. Elle n'explique cependant pas la chute de la ductilité observée au-delà de cette température. Dans le cas des matériaux superplastiques, une telle chute peut se produire du fait d'une augmentation de la taille de grain par recristallisation [Moshksar et Marzan Rad, 1998, Varin, 1987]. Ceci est fortement improbable pour les aciers ODS puisque, d'une part, aucune augmentation de la taille de grain n'a été identifiée après sollicitation mécanique et que, d'autre part, leur température de recristallisation est très élevée (supérieure à 1100°C pour la nuance J05). En revanche, l'apparition — au-delà de 550°C — d'un endommagement intergranulaire d'autant plus important que la vitesse de sollicitation est faible peut expliquer la chute de ductilité observée. Par ailleurs, la similitude évoquée plus haut avec les matériaux *vieillissants* peut également rendre compte d'une chute de ductilité. En effet, dans le domaine de température et de vitesse de déformation où les mécanismes responsables du vieillissement sont les plus actifs, l'hétérogénéité de la déformation observée dans ces matériaux peut conduire à une localisation importante de la déformation et à une rupture plus rapide du matériau [Kang *et al.*, 2006, Wang *et al.*, 2012].

### *Rôle des joints de grains*

L'importance des joints de grains dans l'endommagement de la nuance J05 au-delà de 550°C a été mise en évidence par au moins deux aspects. Le premier est l'observation de faciès de rupture présentant des zones de décohésion intergranulaire, aussi bien en traction qu'en fluage. Le second est l'observation de fissures se propageant parallèlement à la direction de sollicitation au cours d'essais de fluage dans la direction longitudinale. Il est possible que les précipités riches en titane de taille relativement importante (100 – 200 nm) présents le long de certains joints de grains (correspondant vraisemblablement à la surface d'anciens grains de poudre) induisent des concentrations de contrainte favorisant l'apparition de ces fissures longitudinales. En revanche, ces précipités n'étant pas présents sur l'ensemble des joints de grains, ils ne peuvent expliquer la décohésion intergranulaire *généralisée* observée sur de larges zones. Cette faiblesse de l'ensemble des joints de grains, observée en termes de rupture, ne semble pourtant pas avoir d'influence sur la résistance mécanique du matériau. En effet, les vitesses de fluage mesurées entre 650°C et 900°C sont inférieures de plusieurs ordres de grandeur à celles prévues pour un mécanisme de fluage par diffusion le long des joints de grains. La contribution d'une déformation par glissement aux joints de grains apparaît donc faible, voire négligeable, à ces températures. Bien que rapporté dans la littérature pour des nuances d'aciers ODS ferritiques [Nakashima, 1995, Sugino *et al.*, 2011], ce mécanisme de déformation n'a pas été mis en évidence à 650°C sur la nuance J05, comme le décrit l'annexe A.

### *L'anisotropie*

Une partie importante du travail rapporté ici a consisté à identifier le lien entre l'anisotropie de la microstructure des aciers ODS ferritiques élaborés par extrusion à chaud et leur anisotropie de comportement mécanique. Les deux modélisations polycristallines développées ont permis de montrer qu'un tel lien existe bien. Le lien entre texture morphologique et anisotropie de

la déformation plastique a ainsi été souligné. En revanche, l'anisotropie de comportement (ou anisotropie *en contrainte*) que prévoient ces modèles ne correspond pas à l'anisotropie mesurée expérimentalement. La physique décrite est donc insuffisante pour rendre compte des observations. Pour obtenir une meilleure description de l'anisotropie *en contrainte* de la nuance J05, deux pistes peuvent encore être explorées : la prise en compte d'une déformation localisée aux joints de grains et la prise en compte de la déformation subie par le matériau au cours de sa mise en forme.

Envisager que les joints de grains concentrent une partie importante de la déformation va à l'encontre des observations effectuées sur la nuance J05. Cependant, rien ne permet d'exclure avec certitude cette possibilité. Il est possible de modéliser cette situation par *éléments finis*, en autorisant un glissement des joints de grains. Il est même d'ores et déjà envisageable de prendre en compte deux populations de joints de grains distinctes : d'une part les joints de grains *normaux*, et d'autre part les joints entre anciens grains de poudre (*prior particle boundaries*). Il a en effet été démontré que ces derniers sont décorés de nombreux oxydes de titane et jouent un rôle dans l'endommagement du matériau. Il en est donc peut-être de même en ce qui concerne son comportement mécanique. Pour que de tels calculs conduisent à de bons résultats en termes d'anisotropie, il est bien sûr nécessaire qu'ils prennent en compte au minimum l'une des textures, cristallographique ou morphologique, du matériau. De tels calculs n'ont pas été entrepris.

Une autre possibilité consiste à prendre en compte dans son ensemble l'historique thermomécanique subi par le matériau. Le matériau subit en effet une série de transformations après l'étape de co-broyage, en commençant par l'élévation de la température de la billette jusqu'à la température d'extrusion (1100°C), ce qui se traduit par un frittage partiel de la poudre. Au cours de l'extrusion à chaud, la matière est dans un premier temps totalement densifiée par la forte pression exercée. Dans un second temps, elle passe à travers la filière et subit une sollicitation s'approchant d'une compression équi-biaxiale [Sornin, 2010], et qui donne naissance à la texture de fibre ainsi qu'à la texture morphologique des grains. Enfin, le matériau est refroidi à température ambiante avant de subir un traitement thermique de restauration d'1 h à 1100°C. Dans le cas où le traitement thermique ne restaure pas entièrement le matériau, il est possible que des contraintes internes soient présentes à l'état de réception et jouent un rôle sur le comportement mécanique du matériau. Pour évaluer l'impact des contraintes internes liées à la mise en forme du matériau, le modèle de plasticité cristalline développé à été utilisé pour simuler l'étape de mise en forme du matériau. Des calculs par *éléments finis* ont été réalisés sur différents agrégats de Voronoï ne possédant initialement ni texture cristallographique, ni texture morphologique. Ces agrégats ont été soumis à une compression équi-biaxiale dans le plan perpendiculaire à la direction d'extrusion. Beaucoup d'éléments sont omis dans ces simulations par rapport à la réalité de ce que subit le matériau. D'une part, la compression équi-biaxiale est simulée à la température à laquelle les coefficients du modèle cristallin ont été identifiés, à savoir 650°C. D'autre part, la déformation appliquée, au plus 10%, est bien inférieure aux quelques 200% atteints durant l'extrusion. Enfin, le traitement thermique permettant de relaxer une partie des contraintes internes n'a bien sûr pas été simulé. Malgré cela, il est intéressant de noter que les résultats obtenus donnent une description qualitativement correcte de l'anisotropie mécanique de la nuance J05 telle qu'elle a été mesurée à haute température.

La figure 6.26 permet de comparer l'anisotropie du matériau avant ( $\varepsilon_{MEF} = 0\%$ ) et après ( $\varepsilon_{MEF} = 10\%$ ) l'étape de compression équi-biaxiale. Avant celle-ci, le matériau est isotrope du fait



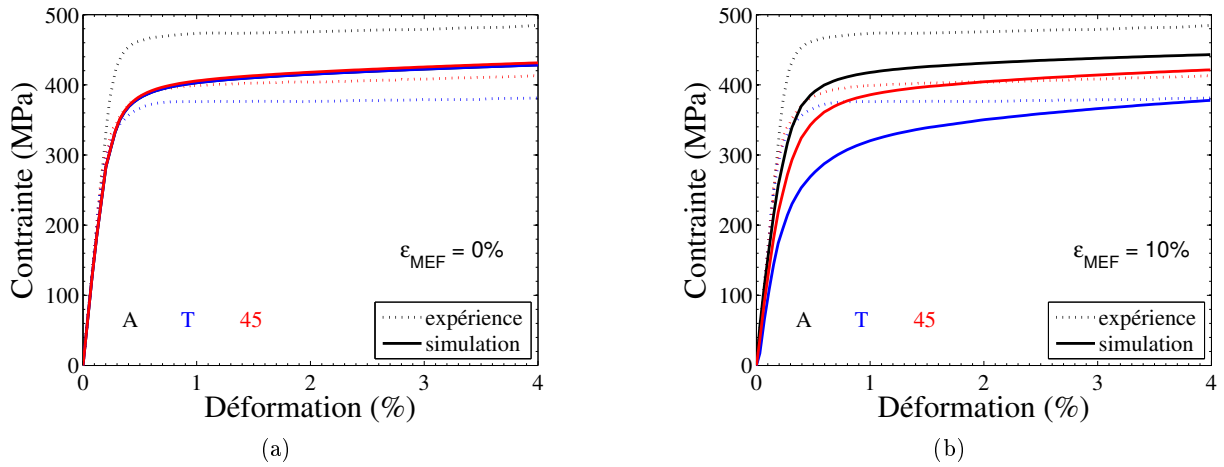


FIGURE 6.26 – Anisotropie moyenne de 20 agrégats de 100 grains chacun avant (a) et après (b) une déformation équi-biaxiale de mise en forme dans le plan perpendiculaire à la direction longitudinale.

de l'absence de toute texture cristallographique. En revanche, après la déformation, la présence de contraintes internes au sein du matériau induit une anisotropie du comportement mécanique du matériau. Du fait de la déformation de mise en forme, la direction longitudinale est devenue plus rigide que la direction à  $45^\circ$ , elle même plus rigide que la direction transverse. Bien que les écarts en contrainte ne soient pas parfaitement reproduits, cette hiérarchie correspond à celle observée expérimentalement à haute température. La figure 6.27 permet de comprendre le rôle joué par la compression équi-biaxiale imposée. Elle présente, pour chacune des trois directions de sollicitation en traction, l'effet d'une déformation de mise en forme de 0%, 2%, 5% et 10%. Le trajet de chargement exact appliqué au cours de la simulation est le suivant : (i) application d'une déformation équi-biaxiale de compression  $\varepsilon_{MEF}$ , puis (ii) décharge en contrainte imposée pour revenir à une contrainte nulle et enfin (iii) sollicitation dans les directions longitudinale, transverse et à  $45^\circ$  pour évaluer l'anisotropie du matériau.

La figure 6.27c montre que la direction transverse s'adoucît lorsque la déformation  $\varepsilon_{MEF}$  augmente. Ceci s'explique par le fait qu'au cours de la compression équi-biaxiale, la direction transverse plastifie en compression. Le matériau simulé ayant toujours un écrouissage cinématique, le domaine d'élasticité est déplacé vers les contraintes négatives. Une sollicitation ultérieure en traction conduit donc à un comportement d'autant plus doux que la déformation en compression a été importante. En ce qui concerne la direction longitudinale, l'inverse se produit. La compression équi-biaxiale perpendiculaire à cette direction conduit à un écoulement plastique dans la direction longitudinale. Celle-ci est donc écrouie par l'opération de mise en forme, ce qui induit une limite d'élasticité d'autant plus élevée que la valeur  $\varepsilon_{MEF}$  imposée est élevée. Enfin, il apparaît qu'à  $45^\circ$  de la direction d'extrusion, l'opération de mise en forme conduit à un léger adoucissement du matériau.

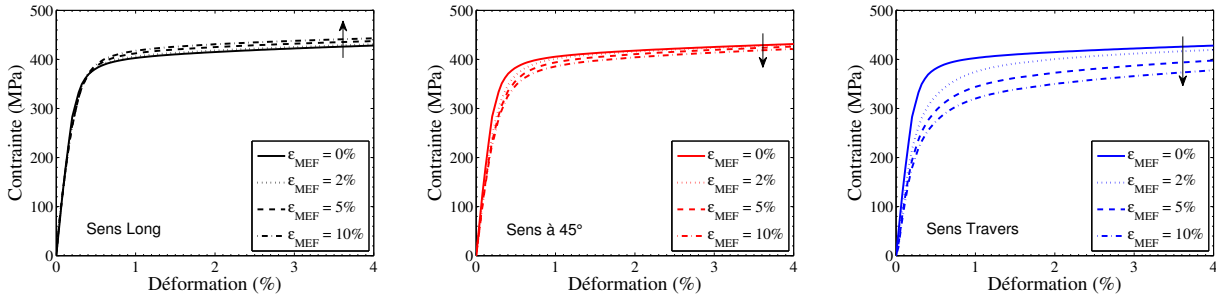


FIGURE 6.27 – Évolution du comportement du matériau dans la direction (a) longitudinale, (b) à  $45^\circ$  et (c) transverse pour quatre valeurs de la déformation de mise en forme  $\varepsilon_{MEF}$ . Les flèches indiquent l'influence d'une augmentation de  $\varepsilon_{MEF}$ .

L'accord relatif obtenu entre l'anisotropie expérimentale et l'anisotropie résultant de la simulation de la mise en forme du matériau semble indiquer qu'il n'y a pas de relation de causalité entre les textures morphologique et cristallographique d'une part et l'anisotropie des nuances ODS ferritiques d'autres part. De ce point de vue, la texture morphologique, la texture cristallographique et l'existence de contraintes internes seraient trois conséquences de la déformation subie par le matériau au cours du procédé d'extrusion à chaud. Au-delà de leurs textures cristallographique et morphologique, la particularité des nuances ODS ferritiques par rapport aux nuances martensitiques pourrait être de conserver une trace de l'histoire du chargement thermo-mécanique subi au travers de contraintes internes. Cette interprétation semble cohérente avec les observations d'une anisotropie de durée de vie en fluage de certaines nuances martensitiques élaborées par compaction isostatique à chaud puis laminage [Shinozuka *et al.*, 2009b]. Ces nuances sont en réalité dites *dual-phase* puisqu'elles contiennent de l'ordre de 15% de ferrite  $\alpha$ , sous la forme de grains allongés. Contrairement à la phase martensitique, qui perd toute trace de déformation antérieure au cours de l'austénitisation, les grains de ferrite gardent en mémoire la totalité des traitements subis, et présentent donc potentiellement des contraintes internes pouvant affecter l'anisotropie de comportement du matériau.



# Conclusion générale

Au cours de ce travail de thèse, une nuance d'acier renforcé par dispersion d'oxydes a été étudiée afin d'améliorer la compréhension des propriétés mécaniques de ce type de matériaux. Il s'agit d'une nuance développée au CEA et de composition  $\text{Fe-14Cr-1W-0,3Ti} + 0,3\text{Y}_2\text{O}_3$ .

Les caractérisations mécaniques effectuées ont tout d'abord permis de souligner les bonnes propriétés de la nuance J05 en traction (résistance mécanique, ductilité) et en fluage (durée de vie) par rapport à d'autres nuances ODS ferritiques. La durée de vie de cette nuance en fluage à  $650^\circ\text{C}$  s'avère remarquable pour une sollicitation longitudinale. Au-delà de ces bonnes propriétés, les caractérisations mécaniques menées ont révélé l'influence de la vitesse de sollicitation sur le comportement – et notamment sur l'allongement à rupture – des aciers ODS. À haute température, une diminution de la vitesse de sollicitation s'accompagne d'une diminution de la ductilité du matériau, expliquant les allongements à rupture inférieurs à 1% observés en fluage à bas niveau de contrainte. Cette faible ductilité a pu être associée à l'observation d'une décohésion intergranulaire. Elle se traduit par une rupture brutale du matériau en fluage.

L'endommagement intergranulaire identifié a conduit à s'interroger sur le rôle du glissement aux joints de grains dans la déformation des aciers ODS à haute température. Les essais réalisés à  $650^\circ\text{C}$  n'ont cependant pas permis de mettre en évidence ce phénomène. De plus, le fait que les vitesses de déformation mesurées en fluage soient inférieures de plusieurs ordres de grandeur à ce que prévoient les modèles classiques de fluage *diffusion* indique que la résistance mécanique des joints de grains est importante, au moins jusqu'à  $900^\circ\text{C}$ .

Le rôle de l'écrouissage cinématique dans le comportement de la nuance J05 a également été mis en évidence grâce aux essais mécaniques réalisés. Un modèle de comportement macroscopique uniaxial basé sur cette observation s'est avéré particulièrement adapté à la description du comportement mécanique du matériau étudié. L'introduction d'un terme de restauration statique permet d'obtenir de très bons résultats à la fois en traction, en fatigue, en fluage et, dans une moindre mesure, en relaxation. Bien qu'ils ne permettent pas de conclure sur les mécanismes de déformation à l'œuvre au sein des matériaux ODS, ces bons résultats sont une indication quant à leur nature. Il est possible d'associer à ce modèle relativement simple un critère de rupture afin de prévoir la durée de vie en fluage du matériaux pour différents niveaux de contrainte et, éventuellement, à différentes température. Un critère de rupture basé sur la relation de Monkman-Grant a été associé à ce modèle mais n'a pas permis d'obtenir des prévisions correctes de la durée de vie en fluage du matériau.

À défaut de pouvoir le solliciter directement en pression interne, le matériau élaboré sous forme de barre a été sollicité dans différentes directions afin d'évaluer son anisotropie de com-

portement. Deux modélisations polycristallines ont alors été mises en place afin de démontrer le lien entre les textures cristallographique et morphologique des nuances ODS ferritiques et leur anisotropie de comportement. Le développement de ces deux modélisations a été l'occasion d'établir une comparaison poussée de la modélisation auto-cohérente et de la modélisation par éléments finis dans le cas de polycristaux élasto-visco-plastiques. D'une manière générale, les deux modélisations conduisent à des tendances similaires en termes d'anisotropie en contrainte et en déformation plastique. La non-linéarité des écrouissages introduits à l'échelle des systèmes de glissement conduit cependant à une surestimation de la contrainte macroscopique d'écoulement dans le cas de simulations basées sur la loi de localisation de Berveiller-Zaoui. L'influence de la texture et de la morphologie des grains sur la réponse de ces deux modèles a été particulièrement étudiée. Bien que cette influence ait été mise en évidence, la physique contenue dans les deux modèles développés n'a pas permis de décrire l'anisotropie de comportement de la nuance J05. À l'inverse, des calculs de principe semblent indiquer que l'état de déformation hérité du procédé de mise en forme contribue à l'établissement de l'anisotropie observée.

La difficulté à reproduire l'anisotropie de comportement de la nuance J05 n'a pas permis d'effectuer une extrapolation de son comportement sous sollicitation de pression interne à partir des données de fluage longitudinal. Des caractérisations mécaniques en pression interne de gaines en acier ODS restent donc plus que jamais nécessaires. À côté de cela, trois études devraient également pouvoir apporter des réponses aux questions qui restent encore en suspens :

- Une étude dédiée à la caractérisation de l'endommagement des aciers ODS à haute température pourra apporter des réponses importantes à plusieurs niveaux : en identifiant l'origine de la décohésion intergranulaire observée, en statuant sur l'existence de la déformation aux joints de grains et en établissant un critère de rupture qui puisse être associé au modèle de comportement macroscopique développé afin de fournir un outil de prévision de la durée de vie des aciers ODS ferritiques.
- La compréhension des mécanismes de déformation doit pouvoir être améliorée en mettant en évidence la probable compétition entre différents mécanismes. Une étude approfondie de la relaxation des nuances ODS associée à des observations fines au microscope électronique en transmission est ainsi suggérée. En particulier, l'analogie de comportement phénoménologique entre les aciers ODS et les matériaux dont les dislocations interagissent avec des solutés mériterait d'être creusée. Elle devrait s'accompagner de mesures de champs pour révéler une éventuelle hétérogénéité de déformation de manière plus systématique que ce qui a été fait à ce jour.
- Enfin, il apparaît que l'influence du procédé de fabrication des nuances ODS ferritiques sur leur anisotropie de comportement doit être étudiée. La modélisation de la consolidation par extrusion à chaud ainsi que la mesure des contraintes résiduelles au sein du matériau à réception semblent ainsi nécessaires. Ce type de simulation est d'autant plus délicat que les traitements thermiques réalisés à l'issue de l'étape de consolidation influencent également le comportement final du matériau, et sont difficiles à simuler.

## Annexe A

# Le rôle des joints de grains dans la déformation des aciers ODS

### Sommaire

<b>A.1</b>	<b>Le rôle des joints de grains d'après la littérature . . . . .</b>	<b>219</b>
A.1.1	Les alliages ODS non-ferreux . . . . .	219
A.1.2	Les aciers ODS . . . . .	219
<b>A.2</b>	<b>Dispositif de mise en évidence de glissement intergranulaire . . . .</b>	<b>224</b>
A.2.1	Dispositif expérimental . . . . .	225
A.2.2	Résultats . . . . .	227
<b>A.3</b>	<b>Bilan . . . . .</b>	<b>231</b>

Le rôle précis joué par les joints de grains dans la déformation des aciers renforcés par dispersion d'oxydes est à l'heure actuelle une des nombreuses questions ouvertes concernant ces matériaux. En termes de résistance mécanique, le joint de grains peut être aussi bien considéré comme un atout que comme une faiblesse. C'est un atout lorsqu'il agit comme un obstacle au mouvement des dislocations. Lorsque c'est le cas, la multiplication des joints de grains – et donc la diminution de la taille des grains – permet de renforcer le matériau. C'est l'effet Hall-Petch. Mais le joint de grains peut tout aussi bien faciliter la déformation du matériau, notamment à haute température. Du fait du désordre relatif qui le caractérise, le joint peut constituer un chemin privilégié pour la diffusion de lacunes ou d'atomes interstitiels et donner ainsi lieu à la déformation du matériau par fluage diffusionnel de Coble. Les joints de grains peuvent également agir comme des sources émettant des dislocations au sein des grains et favorisant la déformation plastique du matériau. Enfin, le joint de grain peut être le siège d'une déformation localisée correspondant au glissement de deux grains l'un contre l'autre : le *grain boundary sliding*, ou GBS.

La question ouverte peut finalement se formuler ainsi : le précis de mécanique des matériaux indique qu'une faible taille de grain conduit à une résistance mécanique élevée à basse température mais à une résistance limitée au fluage à haute température. Qu'en est-il des aciers ODS ? Cette première annexe présente tout d'abord les travaux de la littérature portant sur la question. Elle décrit ensuite l'expérience mise en place afin d'identifier un éventuel glissement aux joints de

grains, ainsi que les résultats obtenus.

## A.1 Le rôle des joints de grains d'après la littérature

### A.1.1 Les alliages ODS non-ferreux

Parmi les premiers travaux mettant en avant le rôle des joints de grains dans les matériaux ODS figurent ceux de Ansell et Weertman, portant sur un alliage *SAP* : un alliage d'aluminium renforcé par une dispersion d'alumine [Ansell et Weertman, 1959]. Ils ont observé le comportement en fluage entre 400°C et 600°C du matériau dans son état recristallisé et non-recristallisé. Alors qu'ils observent un fluage stationnaire pour la nuance à grains fins, leur dispositif de fluage ne leur permet pas de mesurer la vitesse de déformation, trop faible, de la nuance recristallisée (à gros grains). Les auteurs suggèrent que la présence des renforts désactive les sources de dislocations habituellement actives dans l'aluminium, expliquant ainsi l'absence apparente de déformation de fluage de la nuance recristallisée. Selon eux, la déformation de fluage observée sur la nuance non recristallisée est rendue possible par la présence de sources de dislocations aux joints de grains.

L'importance des joints de grains a ultérieurement été soulignée par Wilcox et Clauer sur le TD-Nickel, un alliage base nickel renforcé par dispersion d'oxydes de thorium  $\text{ThO}_2$ . Les auteurs ont tout d'abord constaté la présence de cavités situées aux joints de grains dans la zone de striction d'éprouvettes rompues en fluage entre 900°C et 1100°C [Wilcox et Clauer, 1965]. En observant des lames minces issues de ces éprouvettes, ils ont par la suite constaté que des sources de dislocations aux joints de grains étaient actives [Wilcox et Clauer, 1966]. Leurs observations les conduisent alors à suggérer qu'à haute température, c'est le glissement aux joints qui gouverne la déformation du TD-Nickel. Ce glissement, favorisé par la diffusion mais gêné par les particules situées dans les joints de grains, serait à l'origine de l'activation des sources de dislocations aux joints de grains. Kane et Ebert arrivent également à cette conclusion en étudiant le comportement en fluage à 1100°C d'un alliage TD-NiCr [Kane et Ebert, 1976].

### A.1.2 Les aciers ODS

La question du glissement aux joints de grains dans les alliages à base fer renforcés par dispersion d'oxydes a notamment été abordée dans les travaux de Luton et Petkovic-Luton [Luton, 1986, Petkovic-Luton et Luton, 1986]. Ces auteurs étudient le comportement en fluage à haute température (1050°C - 1200°C) de la nuance MA956 élaborée sous forme de larget. D'une part, ils observent des grains de forme allongée et aplatie, et d'autre part, ils constatent une anisotropie des déformations plastiques transverses dans le cas d'éprouvettes longitudinales. Les auteurs rendent compte quantitativement de leurs observations en se basant sur les équations de Raj et Ashby qui relient la vitesse de glissement aux joints à la géométrie des joints de grains [Raj et Ashby, 1971]. Ce lien entre forme des grains et propriétés en fluage avait également été mis en évidence sur le TD-Nickel par Whittenberger, sans pour autant évoquer une déformation localisée aux joints [Whittenberger, 1977]. L'auteur avait ainsi observé que pour les nuances recristallisées, un rapport de forme élevé se traduisait par une anisotropie des propriétés en fluage, avec une meilleure résistance dans la direction longitudinale. Les premières études révélant l'anisotropie de comportement en fluage des nuances ODS développées pour des applications de gainage mettent également en cause la propension de ces matériaux envers le phénomène de glissement



aux joints de grains [Ukai *et al.*, 1993b, Okada *et al.*, 1996, Ukai *et al.*, 2002b].

### Le glissement aux joints de grains observé dans les aciers ODS

Seules deux études se penchant directement sur l'observation éventuelle de glissement aux joints de grains dans les aciers ODS ferritiques ont pu être répertoriées.

#### *Les observations de Nakashima [Nakashima, 1995]*

L'étude de Nakashima, rapportée par Okada *et al.* [Okada *et al.*, 1996] ainsi que par Inoue *et al.* [Inoue *et al.*, 2007], fait suite aux observations d'endommagement intergranulaire réalisées sur les premiers tubes en aciers ODS ferritiques obtenus par les équipes japonaises [Ukai *et al.*, 1993b]. Suspectant l'occurrence de glissement aux joints de grains, un essai de compression à  $45^\circ$  de la direction d'extrusion a été réalisé à  $650^\circ\text{C}$  /  $10^{-4} \text{ s}^{-1}$  sur une nuance contenant 12% de chrome. Cette nuance a été élaborée par compaction isostatique à chaud, suivi d'une étape d'emboutissage et de passes de laminage, le tout réalisé à  $1150^\circ\text{C}$ . La déformation extrême du matériau (plus de 95% de réduction de l'épaisseur), conduit à un grain fortement aplati dans le plan de la tôle. La longueur des grains est estimée à quelques dizaines de microns, leur largeur à quelques microns et leur épaisseur est de l'ordre du dixième de micron. Des rayures ont été réalisées sur les parois du cube ayant subi l'essai de compression. Les observations réalisées après l'essai de compression sont présentées dans la figure A.1. Celles-ci mettent en évidence un glissement des joints de

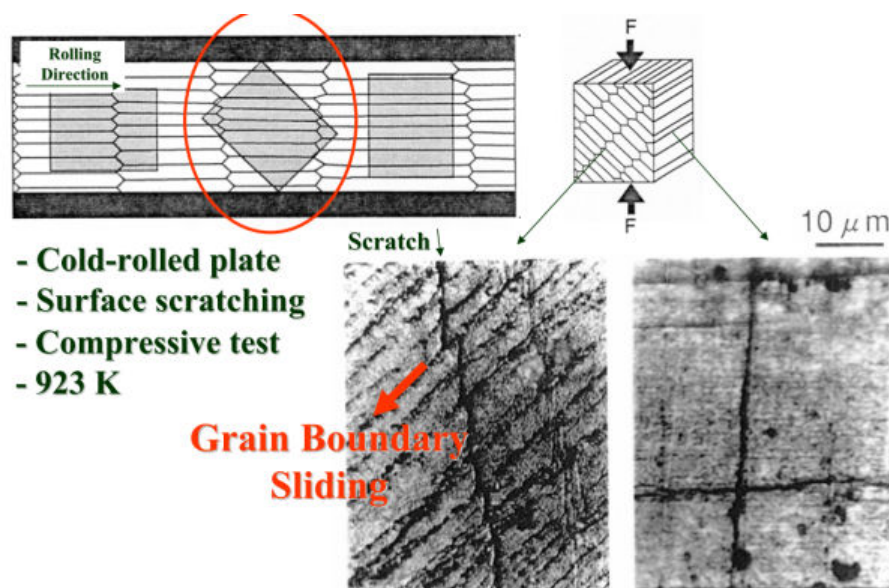


FIGURE A.1 – Description d'un essai de mise en évidence du glissement aux joints de grains réalisé en compression à  $650^\circ\text{C}$  sur une nuance ODS 12Cr non recristallisée. D'après [Inoue *et al.*, 2007].

grains. Les auteurs précisent que tous les joints de grains ne subissent pas cette déformation de cisaillement. La longueur moyenne entre deux glissements est en effet de quelques microns,

ce qui est nettement supérieur à l'épaisseur moyenne des grains, de l'ordre de  $0,1\ \mu\text{m}$ . Selon les auteurs, il est vraisemblable que ce soient les joints de grains fortement désorientés qui subissent ce phénomène de glissement. Ces derniers ne représentent qu'une faible proportion des joints de grains car la texture cristallographique du matériau est, du fait de la forte déformation subie par le matériau au cours de sa mise en forme, très prononcée.

*Les observations de Sugino et al. [Sugino et al., 2011]*

Plus récemment, la même équipe japonaise a travaillé sur une nuance Fe-15Cr-2W-0,35Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> recristallisé [Sugino et al., 2011]. Le procédé de fabrication est le suivant : extrusion à chaud, découpe de plaques puis laminage à froid jusqu'à 85% de réduction d'épaisseur. Un traitement thermique à 1150°C pendant 1h conduit à une recristallisation du matériau. Les grains recristallisés restent cependant allongés dans la direction de filage / laminage. Leur longueur est d'environ 40  $\mu\text{m}$ . Une éprouvette prélevée à 45° de la direction de laminage est alors sollicitée en traction à 800°C à la vitesse de  $10^{-4}\ \text{s}^{-1}$ . Les observations menées après essais sont présentées dans la figure A.2. L'endommagement de l'éprouvette se trouve être en partie localisé dans des bandes de

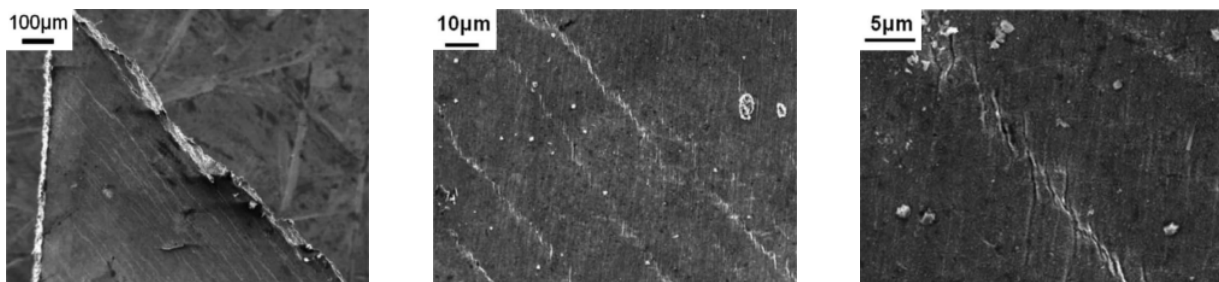


FIGURE A.2 – Observation de l'endommagement résultant de la déformation à 800°C d'une éprouvette prélevée à 45° de la direction de laminage sur une nuance ODS 15Cr. L'axe de traction est vertical. D'après [Sugino et al., 2011].

déformation alignées le long des joints de grains, c'est-à-dire à 45° de la direction de sollicitation. Les auteurs interprètent cet endommagement de la manière suivante : il résulte du cisaillement de lignes de glissement traversant un joint de grains sur lequel la déformation s'est localisée, probablement par glissement intergranulaire. Les auteurs ont par ailleurs observé la présence de cavités dans le volume de matière présent sous ces bandes d'endommagement. En déterminant l'évolution des désorientations cristallines à l'intérieur des grains, les auteurs sont en mesure d'estimer la déformation intragranulaire. Ils en déduisent alors la contribution du glissement aux joints de grains. Pour une déformation totale de l'éprouvette de 12%, 1% de la déformation est liée à la striction, 2% à la déformation intragranulaire et (donc) 9% correspondent à la déformation localisée aux joints de grains. Ce dernier mode de déformation apparaît donc prépondérant.

### L'activation de sources de dislocations aux joints de grains

La nuance J05 étudiée dans le présent mémoire a également montré des signes indiquant que les joints de grains jouent un rôle particulier à haute température. D'une part, un endommagement intergranulaire a été observé sur les faciès de rupture des éprouvettes (traction, fluage) sollicitées à plus de 550°C, comme cela a été mis en évidence dans le chapitre 3. D'autre part, la réalisation d'essais de traction à 500°C sous MET *in-situ* a permis de mettre en évidence (i) une activité de sources de dislocations situées dans les joints de grains et (ii) une décohésion intergranulaire conduisant à la ruine de la lame mince [Praud *et al.*, 2011]. Ces observations sont reprises dans la figure A.3.

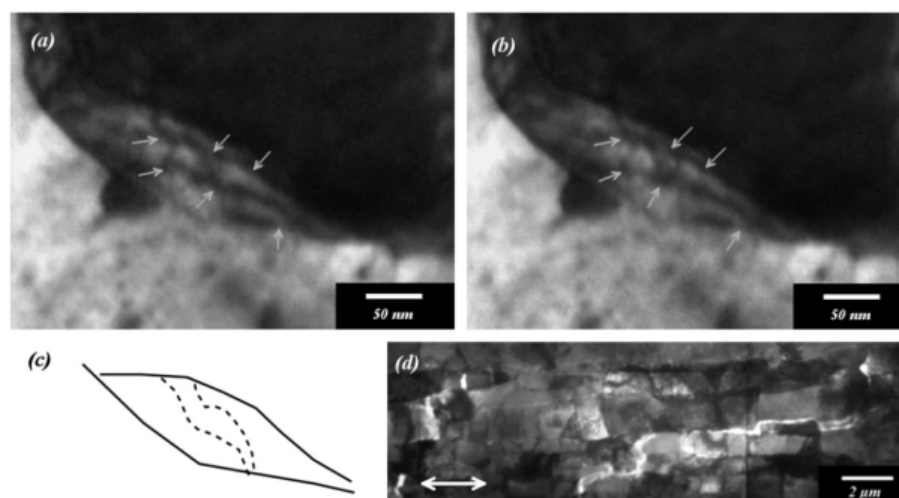


FIGURE A.3 – Observation d'une source de dislocations intergranulaire et endommagement intergranulaire d'une lame mince sollicitée en traction à 500°C. Observations réalisées par MET *in-situ*. Les flèches indiquent la position de nano-particules. D'après [Praud *et al.*, 2011].

### La chute de l'effet Hall-Petch à haute température

Parmi les études s'intéressant aux mécanismes de durcissement des aciers ODS, certaines concluent à la prépondérance du renforcement lié à la taille de grain, notamment à basse température [Couvrat, 2011, Schneibel *et al.*, 2011, Kim *et al.*, 2012c]. Sur cette base, la chute brutale des propriétés mécaniques observées au-delà de 400°C peut être interprétée comme une chute de l'effet Hall-Petch. La modification du comportement des joints de grains avec l'augmentation de la température pourrait donc en être la cause.

Cette hypothèse a été évoquée en premier lieu par Schneibel *et al.* [Schneibel *et al.*, 2011]. Ces auteurs suggèrent la possibilité que cette perte d'efficacité de l'effet Hall-Petch soit liée au mécanisme thermiquement activé d'absorption des dislocations par les joints de grains, diminuant ainsi la force des empilements de dislocations. Les auteurs évoquent différents modèles qui prédisent relativement bien la température à laquelle cette chute de propriété est observée. Les

travaux récents de Kim *et al.* [Kim *et al.*, 2012c] ont permis de mesurer directement l'évolution du coefficient  $k_{HP}$  de la loi de Hall-Petch (équation 1.3) en fonction de la température sur la nuance 14YWT. Ils constatent en effet une diminution importante du durcissement par les joints de grains, confirmant ainsi l'hypothèse émise par Schneibel *et al.*, sans pour autant indiquer à quel mécanisme ceci est imputable.

## Bilan

L'ensemble des observations présentées légitime les interrogations émises au sujet de la résistance des joints de grains à haute température. Cependant, le comportement en fluage remarquable des nuances ODS au-delà de 500°C semble indiquer que le matériau n'est affecté qu'à très haute température, ou très basse vitesse de déformation. La figure A.4a permet de comparer la résistance mécanique de la nuance 14YWT avec une version recristallisée de cette même nuance. Les données ont été recueillies pour une vitesse de déformation de  $10^{-5} \text{ s}^{-1}$ , dans la direction

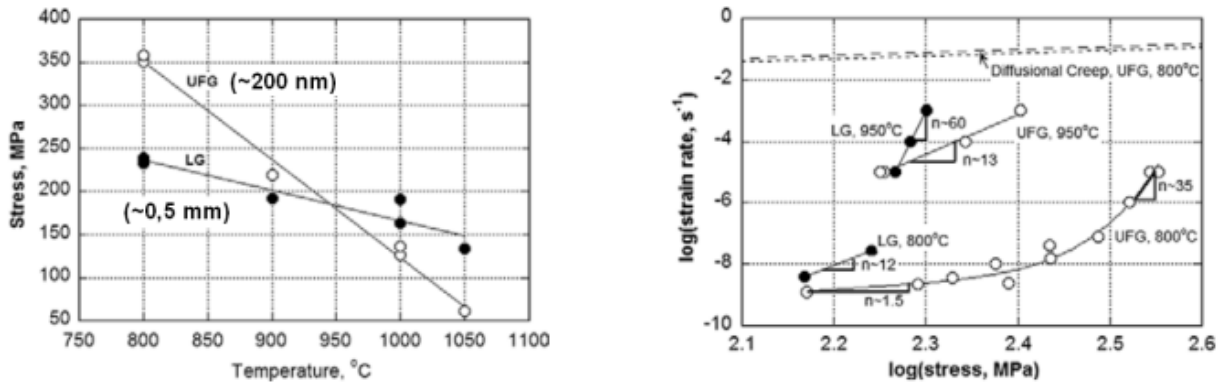


FIGURE A.4 – Comparaison des propriétés de la nuance ODS 14YWT pour deux tailles de grains différentes. (a) évolution de la contrainte d'écoulement en fonction de la température. (b) relation entre niveau de contrainte et vitesse de déformation en fluage. Données longitudinales, d'après [Schneibel *et al.*, 2009].

longitudinale. Elles montrent que pour une température inférieure à 950°C, la contrainte d'écoulement de la nuance à grains fins dépasse celle de la nuance recristallisée. La figure A.4b montre qu'à 800°C la nuance à gros grains ne constitue une amélioration par rapport à la nuance à grains fins que pour un niveau de contrainte très faible, correspondant à une vitesse de déformation de l'ordre de  $10^{-10} \text{ s}^{-1}$ . À ce niveau de contrainte, et pour les deux tailles de grains, les vitesses de déformation mesurées sont 8 ordres de grandeur inférieurs à ce que prévoit les modèles de fluage diffusionnel classiques<sup>a</sup>. Alamo *et al.* ont également observé que la nuance MA957 possédait une

a. On peut d'ailleurs remarquer que les prédictions du modèle de Coble (diffusion le long des joints de grains) ou de Nabarro-Herring (diffusion en volume) sont très proches à cette température. Dans le cas de la nuance J05, les vitesses de fluage prédites par ces deux modèles sont équivalentes pour une température de 800°C. En-deça, le fluage de Coble donne lieu à la vitesse de déformation la plus importante.

meilleure durée de vie en fluage à 650°C avant recristallisation [Alamo *et al.*, 2004]. L'extrapolation de leurs données indique que l'inversion se produit au-delà de 30 000 h de fluage à cette température.

Deux explications ont été évoquées par Schneibel *et al.* afin de justifier l'absence de fluage diffusionnel au niveau de vitesse de déformation attendu [Schneibel *et al.*, 2009]. Selon eux, la forte inhibition du fluage de Coble peut s'expliquer soit par une diffusion très limitée le long des joints de grain, ou bien par un épinglement des joints empêchant le glissement de ces derniers. La présence de nano-renforts ou d'éléments (tungstène ou de chrome) ségrégés aux joints de grains pourrait en être responsable. Les auteurs ont écarté la première hypothèse après avoir mesuré le coefficient de diffusion le long des joints de grains de la nuance 14YWT [Singh *et al.*, 2011]. Leur estimation conduit à une valeur de l'ordre de 10 fois inférieure à celle du fer  $\alpha$ , qui reste donc trop importante pour expliquer l'écart de 8 ordres de grandeur observé. Reste alors l'hypothèse de joints de grains ancrés par des éléments ségrégés, ou bien même par des particules. Ceci a été observé sur la nuance J05 après fluage [Cayron *et al.*, 2012], comme le montre la figure A.5.

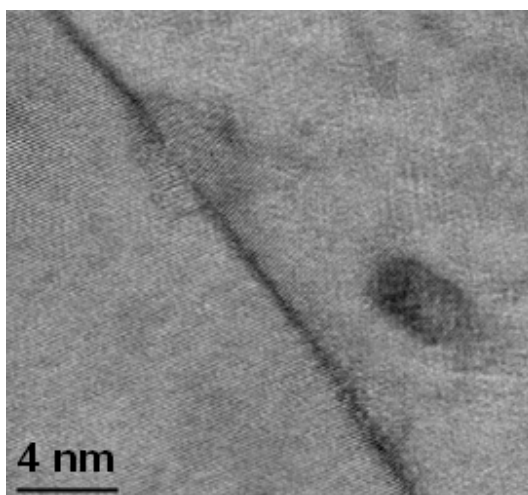


FIGURE A.5 – Observation d'une particule de 4 nm de diamètre localisée à un joint de grain après un essai de fluage à 800°C [Cayron *et al.*, 2012]. La particule n'apparaît pas cisailée par un éventuel glissement au niveau du joint de grains.

## A.2 Dispositif de mise en évidence de glissement intergranulaire

Alors que le rôle des joints de grains dans l'endommagement des nuances d'aciers ODS au-delà de 500°C a été mis en évidence par de nombreuses études, leur rôle dans la déformation même n'est pas clairement établie. Une expérience a alors été mise en place afin de savoir si le phénomène de glissement aux joints de grains doit être envisagé en tant que mécanisme de déformation de la nuance J05 pour des sollicitations à 650°C.

### A.2.1 Dispositif expérimental

La technique employée ici afin de mettre en évidence du glissement aux joints de grains est relativement classique dans son principe mais s'avère très délicate du fait de la très faible taille de grains du matériau étudié. Le principe consiste à apposer des marqueurs à la surface du matériau et à observer leur évolution suite à la déformation du matériau. Il est usuel d'utiliser des grilles, comme illustré par la figure A.6, car elles permettent de réaliser des cartographies de déformation par analyse d'image.

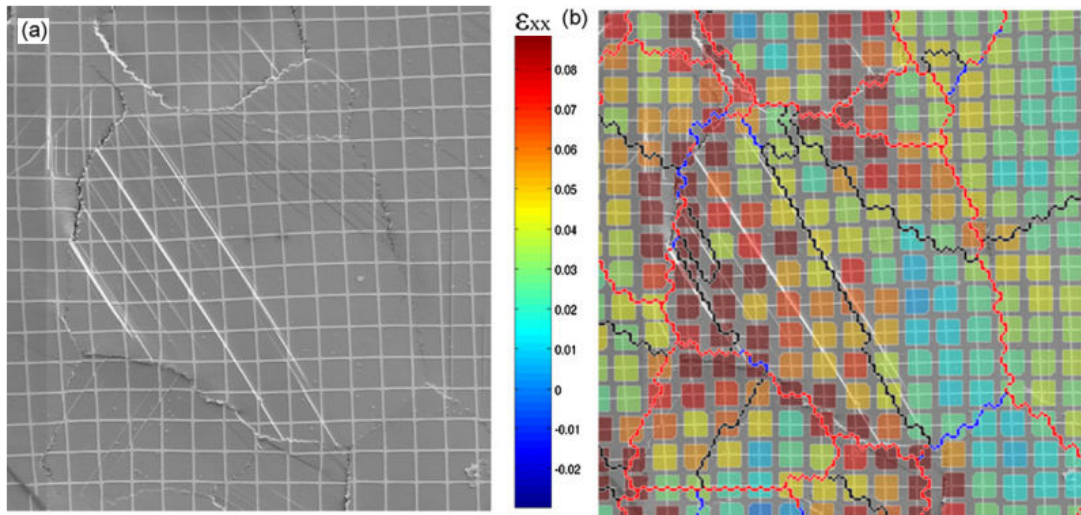


FIGURE A.6 – (a) Grille de  $\text{HfO}_2$  déposée à la surface d'un superalliage de nickel observé après une déformation de fluage à  $750^\circ\text{C}$  et mettant en évidence du glissement inter et intra-granulaire. (b) Cartographie de la déformation dans la direction de sollicitation (horizontale) obtenue par corrélation d'images. Pas de la grille :  $5\text{ }\mu\text{m}$ . D'après [Soula *et al.*, 2009].

Les exigences vis-à-vis de la grille sont les suivantes :

- Le pas de la grille doit être suffisamment fin pour permettre d'observer les déformations locales, à l'échelle d'un grain.
- La grille doit être stable en température durant toute la durée de l'essai.
- La grille doit être suffisamment ductile pour *suivre* les déformations du matériau.
- La grille doit donner lieu à un contraste suffisamment important pour être facilement différenciée du matériau support au cours de l'observation.

### Dépôt par électrolithographie

La grille présentée dans la figure A.6 a été déposée par un procédé électrolithographique. Ce type de procédé consiste à appliquer une résine à la surface du matériau et à former *en négatif* le motif souhaité par irradiation sous un faisceau d'électrons, puis dissolution. Un dépôt (or, platine,  $\text{HfO}_2$ , ...) suivi d'une dissolution de la résine restante permet de former la grille *en positif*. Cette

dernière étape peut également être remplacée par une attaque chimique [Rupin, 2007] permettant de creuser directement le matériau en laissant intactes les zones protégées par la résine. La largeur minimale des traits constituant une grille élaborée par électrolithographie est de l'ordre de 0,5 - 1  $\mu\text{m}$  [Rupin, 2007, Soula *et al.*, 2010]. Cette largeur est du même ordre de grandeur que la taille des grains de la nuance ODS J05. Elle est donc bien plus grande que la longueur caractéristique des déformations locales pouvant se produire aux joints de grain dans les aciers ODS. La technique de l'électrolithographie n'a donc pas été utilisée dans ce travail.

### Dépôt direct de platine

La technique retenue pour obtenir des repères aussi fins que possible est le dépôt induit par faisceau d'électrons (ou EBID, pour *Electron-Beam Induced Deposition*). Poussée à l'extrême, cette technique permet de tracer des lignes de moins de 2 nm espacées d'à peine plus de 3 nm [van Dorp *et al.*, 2005]. Elle nécessite l'utilisation d'un microscope électronique à balayage équipé d'un système d'injection de gaz. Le gaz en question est constitué de molécules contenant des atomes métalliques, en l'occurrence du platine. Il est habituellement utilisé pour diminuer la rugosité de surface d'échantillons découpés à l'aide d'une colonne ionique (ou FIB, pour *Focused Ion Beam*). Les électrons secondaires — émis après absorption des électrons incidents par la matière environnante — viennent *cracker* les molécules de gaz adsorbées à la surface du matériau. Les atomes métalliques sont alors déposés sur la surface. Cette technique a pu être mise en œuvre via une collaboration avec Frédéric DELABROUILLE (EDF R&D) et grâce aux moyens techniques du *Material Ageing Institute* (en l'occurrence un MEB Dual-Beam de marque FEI).

### La sollicitation thermo-mécanique

Bien que l'acier ODS J05 contienne 14% de chrome — ce qui le place parmi les aciers *inoxydables* — l'expérience ne peut être réalisée que sous environnement inerte. Il faut en effet éviter toute oxydation du matériau et donc éviter la formation de la couche d'oxyde de chrome protégeant les aciers inoxydables. Une solution est donc de réaliser l'essai sous vide secondaire, au sein d'un MEB équipé d'une platine de traction chauffante. Cette solution présente l'avantage de permettre un suivi *in-situ* de la déformation. Cependant, la température d'essai souhaitée, 650°C, est supérieure à la température maximale généralement admise au sein d'une chambre de MEB. Cette option n'a donc pas été possible.

Le dispositif de traction haute température récemment développé au SRMA — permettant d'atteindre des températures de 1500°C sous environnement inerte — a donc été privilégié. Le choix de ce dispositif impose que la sollicitation soit une sollicitation de traction. Il impose également une taille minimale de l'éprouvette. Du fait du faible diamètre de la barre ODS J05, cette dernière contrainte interdit tout prélèvement à 45°. Les éprouvettes sollicitées ont donc été prélevées dans la direction longitudinale de la barre.

### Le déroulement de l'expérience

L'expérience comprend les étapes suivantes :

1. Polissage mécanique de l'éprouvette (diamant 3  $\mu\text{m}$ ).



2. Polissage à l'aide d'une suspension de silice colloïdale pour éliminer l'écaillage surfacique du matériau.
3. Dépôt d'une grille de platine à la surface de l'éprouvette.
4. Observation de la grille au MEB-FEG et cartographie EBSD de la zone d'intérêt.
5. Réalisation de la sollicitation mécanique à 650°C sous hélium à très haute pureté.
6. Observations finales.

### A.2.2 Résultats

La figure A.7 permet d'observer l'un des dépôts de platine réalisés. L'observation en mode *électrons secondaires* permet de distinguer à la fois les lignes de platine et la microstructure sous-jacente. Cette dernière apparaît du fait d'un léger contraste d'orientation cristalline. Le dépôt

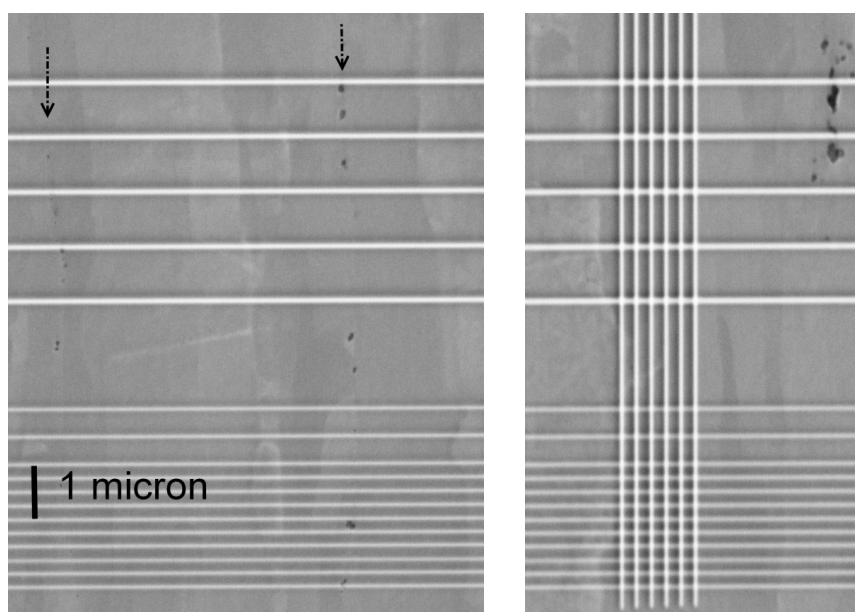


FIGURE A.7 – Images en électrons secondaires d'une grille de platine déposée à la surface d'une éprouvette. La largeur des lignes de platine est d'environ 60 nm. Les flèches sont parallèles à la direction d'extrusion. Elles indiquent la présence de chapelets de particules riches en titane. Les grains sont visibles par contraste d'orientation cristalline. Ils sont allongés dans la direction d'extrusion.

est principalement constitué de lignes perpendiculaires à la direction d'extrusion (indiquée par les flèches). Ces lignes doivent permettre de mettre en évidence un éventuel glissement le long des joints parallèles à la direction d'extrusion au cours d'une sollicitation longitudinale. La zone sur laquelle la grille a été déposée contient des chapelets de particules riches en titane, qui sont susceptibles de jouer un rôle dans la localisation de la déformation au sein du matériau. Les lignes de platine déposées mesurent environ 60 nm de large. Les grilles formées par l'ajout de



lignes de platine parallèles à la direction d'extrusion doivent permettre d'établir une cartographie de déformation intragranulaire. Le pas de la grille la plus fine est de 250 nm.

Dans un premier temps, 3 dépôts de platine ont pu être effectués. Les trois éprouvettes correspondantes ont été sollicitées en traction à 650°C à  $10^{-3} \text{ s}^{-1}$  et  $10^{-4} \text{ s}^{-1}$ . Pour chaque essai, une fois l'éprouvette en place dans le four, l'enceinte est mise sous vide ( $10^{-4}$  mbar) avant d'être remplie à l'hélium haute pureté (99.9999%). L'historique de température subi par l'éprouvette est le suivant : 30 min de montée en température, un palier à 650°C d'une dizaine de minutes durant lequel l'essai de traction est réalisé puis une redescende à température ambiante en 30 min. Les essais ont été interrompus à 10% de déformation. La figure A.8 permet de comparer l'une des grilles avant et après avoir subi l'historique de température et la sollicitation mécanique. Les conclusions issues des trois premiers essais étant identiques, seuls les résultats d'une éprouvette sont présentés ici.

Il est évident sur la figure A.8b que l'oxydation du matériau n'a pas pu être évitée. Une couche d'oxyde s'est formée à la surface du matériau malgré les précautions prises. Son épaisseur est estimée à 100 nm. Du fait de la déformation de l'éprouvette, cette couche d'oxyde s'est fissurée perpendiculairement à la direction de sollicitation. L'observation de la surface de l'éprouvette par détection des électrons rétro-diffusés permet de s'affranchir en partie de la couche d'oxyde en traversant celle-ci (figure A.8c). Les joints de grains apparaissent en noir et semblent être creusés. Les lignes de platine restent cependant visibles. La mesure de l'écartement moyen entre celles qui sont perpendiculaires à la direction de sollicitation permet de déterminer la déformation moyenne longitudinale dans la zone étudiée. La valeur macroscopique de 10% est retrouvée localement.

La figure A.9 permet d'observer en détail la déformation des lignes de platine. Aucune discontinuité de ces lignes indiquant un glissement entre deux grains n'est observée. En revanche, ces lignes présentent des déformations importantes au niveau de certains joints de grains. Ces zones sont entourées dans la figure A.9.

Deux autres essais ont par la suite été réalisés en modifiant légèrement les conditions d'essai afin de réduire l'oxydation du matériau. Des copeaux de zirconium ont été insérés dans l'enceinte du four, au plus près de la longueur utile de l'éprouvette, pour consommer en priorité l'oxygène résiduel. Parmi les deux nouvelles éprouvettes, l'une a été testée dans les mêmes conditions que précédemment (650°C /  $10^{-4} \text{ s}^{-1}$  /  $\varepsilon = 10\%$ ), alors que l'autre a subi le même historique de température sans être sollicitée mécaniquement.

Les résultats obtenus pour l'éprouvette sollicitée à 650°C /  $10^{-4} \text{ s}^{-1}$  /  $\varepsilon = 10\%$  sont présentés dans la figure A.10. Alors que les lignes de platine déposées semblent à l'origine similaires à celles de la figure A.7, elles s'avèrent avoir totalement disparu après essai. Une très légère empreinte révèle tout de même leur emplacement. Celles-ci ne présentent pas de déformation particulière. En revanche, l'oxydation de la surface du matériau a été fortement diminuée.

L'essai réalisé sans sollicitation mécanique avait pour but d'observer l'influence de l'historique de température sur l'état de surface du matériau. Les résultats obtenus sont présentés dans la figure A.11. Cette figure montre une éprouvette relativement peu oxydée et pour laquelle le platine déposé en surface s'est *globulisé*. Mais surtout, cette figure démontre que le simple historique de température subi par l'éprouvette conduit au creusement de certains joints de grains, principalement au niveau de points triples.

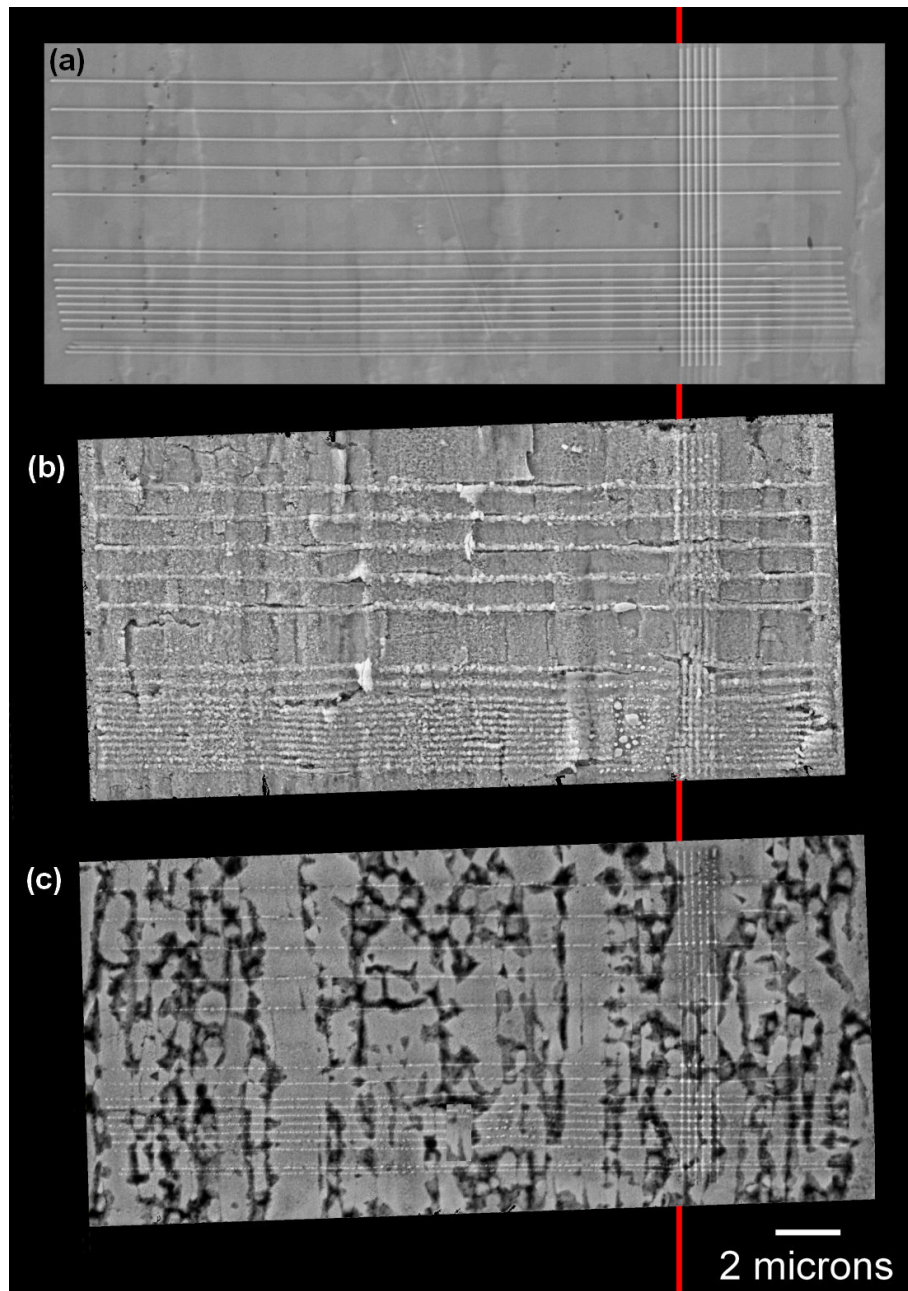


FIGURE A.8 – Observation d’une grille de platine avant (a) et après (b,c) essai de traction interrompue à  $650^{\circ}\text{C}$  et  $10^{-4} \text{ s}^{-1}$ . Observations réalisées par détection des électrons secondaires (a,b) et rétro-diffusés (c).

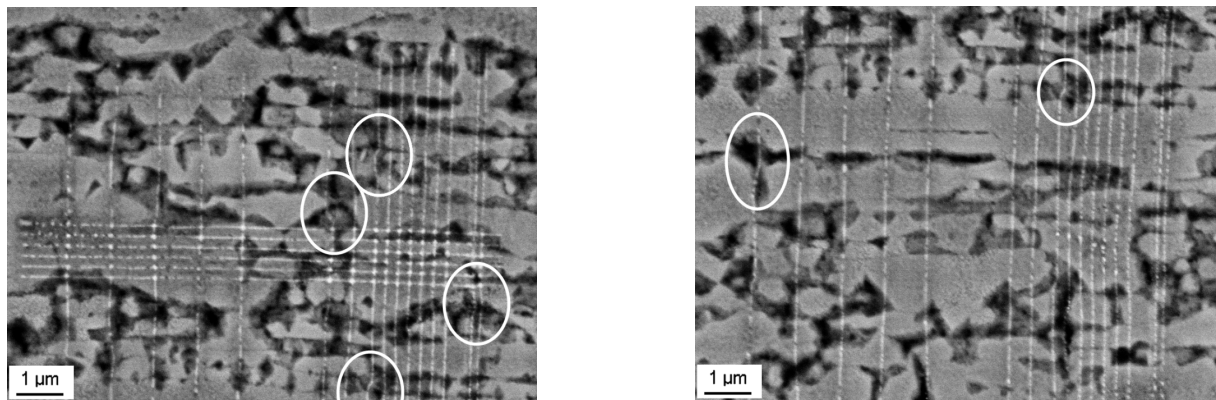


FIGURE A.9 – Déformation des lignes de platine observée en mode rétro-diffusé. La direction de sollicitation est horizontale.

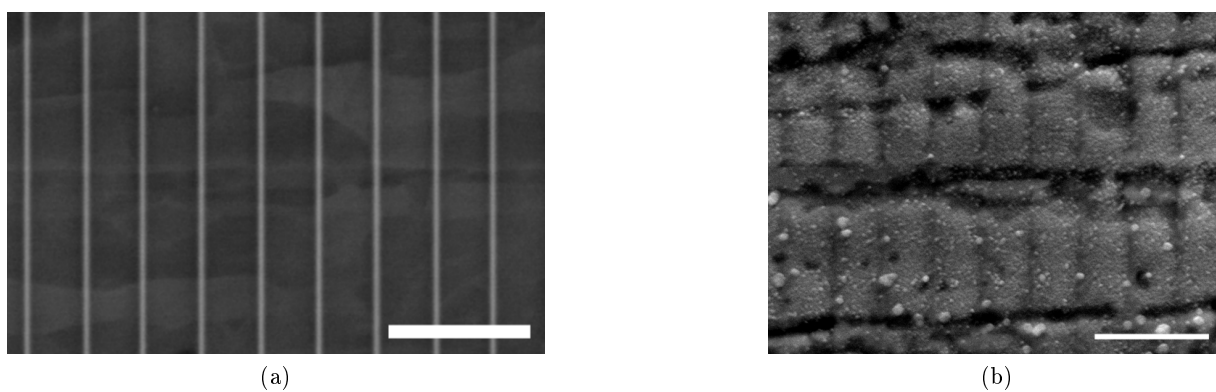


FIGURE A.10 – Observation au MEB (mode électrons secondaires) d'une partie d'une grille de platine avant (a) et après (b) la réalisation d'un essai. Les barres d'échelle mesurent 2 μm. La direction de sollicitation est horizontale.

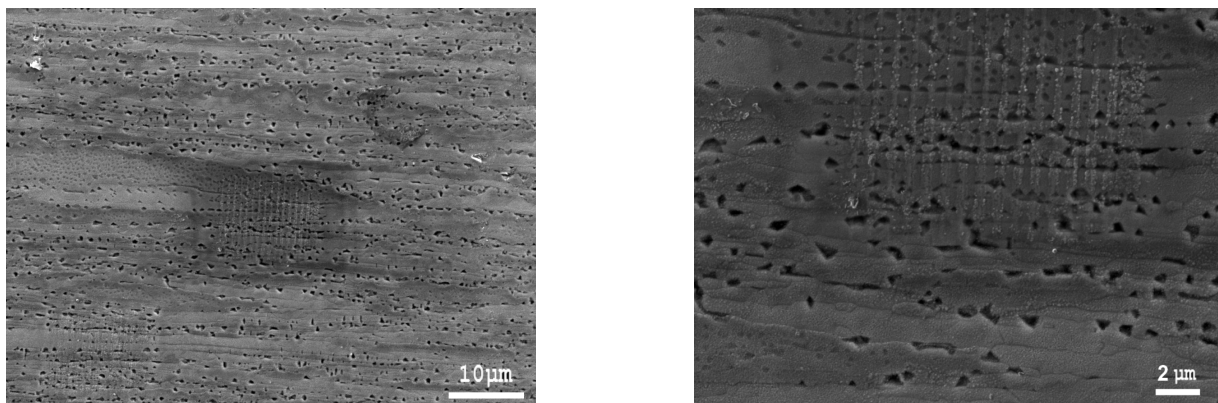


FIGURE A.11 – Images MEB (électrons secondaires) de la surface de l'éprouvette ayant été soumise à l'historique de température uniquement.

### A.3 Bilan

Une technique de dépôt de platine induit par faisceau d'électrons a été employée afin de mettre en évidence le glissement aux joints de grains dans le cas de matériau à grains ultra-fins. Les essais réalisés à 650°C sur la nuance J05 n'ont pas permis d'observer de véritable glissement aux joints de grains dans le cas d'une sollicitation de traction longitudinale. En revanche, une localisation importante de la déformation au niveau de certains joints de grains a été observée. Un creusement des joints de grains ayant été également observé en l'absence de sollicitation mécanique, il est à l'heure actuelle impossible de conclure sur la nature réelle ou artificielle de la localisation observée.



## Annexe B

# Compléments de modélisation

### Sommaire

---

<b>B.1</b>	<b>Modélisation par homogénéisation auto-cohérente . . . . .</b>	<b>234</b>
B.1.1	Lois de localisation : Kröner, Berveiller-Zaoui, $\beta$ . . . . .	234
<b>B.2</b>	<b>Modélisation par la méthode des éléments finis . . . . .</b>	<b>237</b>
B.2.1	Agrégat de Voronoï et sensibilité au maillage . . . . .	237
<b>B.3</b>	<b>Comparaison des modélisations polycristallines . . . . .</b>	<b>239</b>
B.3.1	Origine de la déviation entre les modèles PXH et CPFEM . . . . .	239
<b>B.4</b>	<b>Simulations à 0°, 45° et 90° de la direction d'extrusion . . . . .</b>	<b>244</b>
<b>B.5</b>	<b>Modélisation macroscopique et fluage . . . . .</b>	<b>246</b>
B.5.1	Évolution asymptotique de la vitesse de déformation . . . . .	246

---

Cette annexe a pour objet de compléter la description des différents types de modélisation du comportement mécanique des matériaux évoqués dans ce mémoire. Elle aborde principalement les modélisations polycristallines introduites dans le chapitre 6, en détaillant (i) les lois de localisation employées en homogénéisation, (ii) les maillages *éléments finis* retenus dans les simulations et (iii) en comparant les prédictions des modèles polycristallins par homogénéisation (PXH) et par *éléments finis* (CPFEM). Des indications sur la réalisation de simulations dans différentes directions de sollicitation et quelques précisions sur la vitesse de fluage du modèle de comportement macroscopique (chapitre 4) sont également présentées.

## B.1 Modélisation par homogénéisation auto-cohérente

### B.1.1 Lois de localisation : Kröner, Berveiller-Zaoui, $\beta$

La formulation auto-cohérente de Berveiller-Zaoui [Berveiller et Zaoui, 1979], employée dans le chapitre 6, a été établie dans un souci de remédier à la *rigidité* trop importante du modèle de Kröner [Kröner, 1961] tout en conservant sa simplicité de mise en œuvre. La dérivation de la loi de localisation de Berveiller-Zaoui (BZ) est rappelée ici. Pour un traitement plus complet, voir par exemple [François et al., 1991, Besson et al., 2011]. Dans cette section,  $\underline{A}$  et  $\mathbf{A}$  désignent respectivement un tenseur d'ordre 2 et un tenseur d'ordre 4.

#### Problème d'Eshelby

Eshelby [Eshelby, 1957] a étudié la situation d'une inclusion ellipsoïdale soumise à une *déformation libre*  $\underline{\varepsilon}^L$ . Dans le cas où l'inclusion est englobée au sein d'une matrice infinie non sollicitée à l'infini, sa déformation est contrainte et ne peut atteindre  $\underline{\varepsilon}^L$ . Eshelby montre alors que la déformation  $\underline{\varepsilon}$  au sein de l'inclusion s'avère homogène, et s'exprime très simplement à l'aide du tenseur d'Eshelby  $\mathbf{S}$  :

$$\underline{\varepsilon} = \mathbf{S} : \underline{\varepsilon}^L \quad (\text{B.1})$$

Le tenseur d'Eshelby  $\mathbf{S}$  ne dépend que de la géométrie de l'ellipsoïde et du tenseur des modules élastiques  $\mathbf{C}$  de la matrice. L'état de contrainte au sein de l'inclusion est également homogène. Le tenseur des contraintes au sein de l'inclusion s'écrit alors :

$$\underline{\sigma} = \mathbf{C} : (\underline{\varepsilon} - \underline{\varepsilon}^L) = \mathbf{C} : (\mathbf{S} - \mathbf{I}) : \underline{\varepsilon}^L \quad (\text{B.2})$$

où  $\mathbf{I}$  est le tenseur *identité* d'ordre 4. Dans le cas où la matrice est chargée uniformément à l'infini, le tenseur des contraintes dans l'inclusion devient alors [François et al., 1991]

$$\underline{\sigma} = \underline{\Sigma} + \mathbf{C} : (\mathbf{S}^{-1} - \mathbf{I}) : (\underline{E} - \underline{\varepsilon}) \quad (\text{B.3})$$

où  $\underline{\Sigma}$  et  $\underline{E}$  désignent les tenseurs des contraintes et des déformations au sein de la matrice.

#### Loi de localisation de Kröner

La loi précédente peut également être écrite en vitesse. En utilisant la formulation incrémentale de Hill reliant les tenseurs des taux de déformation et de contrainte macroscopiques par l'intermédiaire du tenseur des modules instantanés  $\mathbf{L}^{\text{eff}}$

$$\dot{\underline{\Sigma}} = \mathbf{L}^{\text{eff}} : \dot{\underline{E}} \quad (\text{B.4})$$

on obtient,

$$\dot{\underline{\sigma}} = \dot{\underline{\Sigma}} + \mathbf{L}^{\text{eff}} : (\mathbf{S}^{-1} - \mathbf{I}) : (\dot{\underline{E}} - \dot{\underline{\varepsilon}}) \quad (\text{B.5})$$

En se plaçant dans le cadre des petites déformations, la partition des déformations s'écrit :

$$\underline{\dot{E}} = \underline{\dot{E}}^e + \underline{\dot{E}}^p \quad \text{et} \quad \underline{\dot{\varepsilon}} = \underline{\dot{\varepsilon}}^e + \underline{\dot{\varepsilon}}^p \quad (\text{B.6})$$

En supposant l'élasticité homogène (modules  $\mathbf{C}$  identiques dans la matrice et dans l'inclusion), soit :

$$\underline{\Sigma} = \mathbf{C} : \underline{E}^e \quad \text{et} \quad \underline{\sigma} = \mathbf{C} : \underline{\varepsilon}^e \quad (\text{B.7})$$

on obtient alors :

$$\underline{\dot{\sigma}} = \underline{\dot{\Sigma}} + \left[ \mathbf{I} + \mathbf{L}^{\text{eff}} : (\mathbf{S}^{-1} - \mathbf{I}) : \mathbf{C}^{-1} \right]^{-1} : \mathbf{L}^{\text{eff}} : (\mathbf{S}^{-1} - \mathbf{I}) : (\underline{E}^p - \underline{\varepsilon}^p) \quad (\text{B.8})$$

L'hypothèse de Kröner revient à faire l'approximation  $\mathbf{L}^{\text{eff}} = \mathbf{C}$ , ce qui conduit à l'expression

$$\underline{\dot{\sigma}} = \underline{\dot{\Sigma}} + \mathbf{C} : (\mathbf{I} - \mathbf{S}) : (\underline{\dot{E}}^p - \underline{\dot{\varepsilon}}^p) \quad (\text{B.9})$$

En supposant l'élasticité isotrope, et l'inclusion sphérique, et en écrivant les tenseurs  $\mathbf{I}$ ,  $\mathbf{C}$  et  $\mathbf{S}$  à l'aide des tenseurs  $\mathbf{K}$  et  $\mathbf{J}$  [Bornert *et al.*, 2001b] formant une base orthogonale des tenseurs isotropes symétriques du quatrième ordre, à savoir

$$\mathbf{I} = \mathbf{K} + \mathbf{J} \quad \text{et} \quad \mathbf{C} = 3k\mathbf{K} + 2\mu\mathbf{J} \quad \text{et} \quad \mathbf{S} = \alpha\mathbf{K} + \beta\mathbf{J} \quad (\text{B.10})$$

on obtient la loi de localisation de Kröner, écrite en vitesse

$$\underline{\dot{\sigma}} = \underline{\dot{\Sigma}} + 2\mu(1 - \beta_{\text{Kröner}}) (\underline{\dot{E}}^p - \underline{\dot{\varepsilon}}^p) \quad \text{avec} \quad \beta_{\text{Kröner}} = \frac{6(k + 2\mu)}{5(3k + 4\mu)} = \frac{2(4 - 5\nu)}{15(1 - \nu)} \quad (\text{B.11})$$

### Loi de localisation de Berveiller-Zaoui

Berveiller et Zaoui ne font pas l'hypothèse que le tenseur de modules effectifs  $\mathbf{L}^{\text{eff}}$  est égal à  $\mathbf{C}$ , mais le supposent isotrope [Berveiller et Zaoui, 1979]. Par ailleurs, le tenseur d'Eshelby, défini notamment à l'aide du comportement effectif  $\mathbf{L}^{\text{eff}}$ , est toujours associé à une géométrie sphérique. Les tenseurs  $\mathbf{C}$ ,  $\mathbf{L}^{\text{eff}}$  et  $\mathbf{S}$  s'écrivent alors :

$$\mathbf{C} = 3k\mathbf{K} + 2\mu\mathbf{J} \quad \text{et} \quad \mathbf{L}^{\text{eff}} = 3k'\mathbf{K} + 2\mu'\mathbf{J} \quad \text{et} \quad \mathbf{S} = \alpha\mathbf{K} + \beta\mathbf{J} \quad (\text{B.12})$$

et la loi de localisation se simplifie en

$$\underline{\dot{\sigma}} = \underline{\dot{\Sigma}} + 2\mu \frac{\mu'(1 - \beta')}{\beta'\mu + (1 - \beta')\mu'} (\underline{\dot{E}}^p - \underline{\dot{\varepsilon}}^p) \quad \text{avec} \quad \beta' = \frac{2(4 - 5\nu')}{15(1 - \nu')} \quad (\text{B.13})$$

Berveiller et Zaoui supposent alors un écoulement radial et monotone, permettant d'écrire une relation de proportionnalité entre la déformation plastique macroscopique et le déviateur des contraintes macroscopiques  $\underline{S}$  :

$$\underline{E}^p = h\underline{S} \quad \text{avec} \quad \underline{S} = \underline{\Sigma} - \frac{1}{3}\text{Trace}(\underline{\Sigma})\mathbf{1} \quad (\text{B.14})$$



Ils obtiennent alors l'expression B.15, qui constitue la loi de localisation de Berveiller-Zaoui. Une expression approchée de  $\alpha$  (qui dépend de  $h$ ) est donnée par l'équation B.16 :

$$\underline{\sigma} = \underline{\Sigma} + 2\alpha\mu(1 - \beta_{\text{Kröner}})(\underline{E}^p - \underline{\varepsilon}^p) \quad (\text{B.15})$$

$$\alpha = \frac{1}{1 + \frac{3\mu}{2} \frac{\|\underline{E}^p\|}{\|\underline{\Sigma}\|}} \quad (\text{B.16})$$

$\|\underline{E}^p\|$  et  $\|\underline{\Sigma}\|$  sont définies au sens de la plasticité isotrope (incompressible) de Von Mises, soit

$$\|\underline{E}^p\| = \sqrt{\frac{2}{3} \underline{E}^p : \underline{E}^p} \quad \text{et} \quad \|\underline{\Sigma}\| = \sqrt{\frac{3}{2} \underline{S} : \underline{S}} \quad (\text{B.17})$$

On retrouve la formulation de Kröner lorsque  $\alpha = 1$ , ce qui est le cas pour une déformation plastique très faible. Par la suite,  $\alpha$  décroît avec l'augmentation de la déformation plastique, ce qui conduit à un comportement macroscopique moins *rigide* que dans le cas de Kröner.

### Loi de localisation en $\beta$

Le terme  $2\alpha\mu(1 - \beta)(\underline{E}^p - \underline{\varepsilon}^p)$  qui apparaît dans les lois de localisation proposées par Kröner (pour  $\alpha = 1$ ) et par Berveiller et Zaoui, correspond à une contrainte interne décrivant l'écart de comportement entre un grain donné et le comportement moyen du polycristal. L'évolution de  $\alpha$  avec la déformation plastique rend compte de la non-linéarité de ce terme. La formulation en  $\beta$  proposée par Cailletaud [Cailletaud, 1987, Cailletaud, 1992] et Pilvin [Pilvin, 1990, Pilvin, 1994] consiste à transférer la non-linéarité sur une nouvelle variable tensorielle, notée  $\underline{\beta}$ , et de lui associer une loi d'évolution phénoménologique dépendant de trois paramètres  $C_{CP}$ ,  $D_{CP}$  et  $\delta_{CP}$  :

$$\underline{\sigma}_g = \underline{\Sigma} + C_{CP}(\underline{\beta} - \underline{\beta}_g) \quad (\text{B.18})$$

$$\dot{\underline{\beta}}_g = \dot{\underline{\varepsilon}}_g^p - D_{CP}(\underline{\beta}_g - \delta_{CP}\underline{\varepsilon}_g^p) \frac{2}{3}\|\dot{\underline{\varepsilon}}_g^p\| \quad \text{avec} \quad \underline{\beta} = \sum_g f_g \underline{\beta}_g \quad (\text{B.19})$$

où  $f_g$  représente la fraction volumique de la phase  $g$ . Bien qu'introduite de manière phénoménologique, il est dans certains cas possible de relier directement l'équation d'évolution des variables  $\underline{\beta}_g$  à un mécanisme de déformation physique [Bouaziz et Bréchet, 2009].

## B.2 Modélisation par la méthode des éléments finis

### B.2.1 Agrégat de Voronoï et sensibilité au maillage

Les calculs d'agrégats polycristallins présentés dans le chapitre 6 ont été en majorité réalisés sur des polycristaux de Voronoï. Une fois cette géométrie définie, la discrétisation nécessaire au calcul par la méthode des éléments finis peut être réalisée avec une finesse plus ou moins grande, c'est-à-dire une densité du maillage plus ou moins grande. La figure B.1 présente un même agrégat maillé avec deux densités différentes avec la suite logicielle Z-set, développé notamment au Centre des Matériaux de l'École des Mines ParisTech.

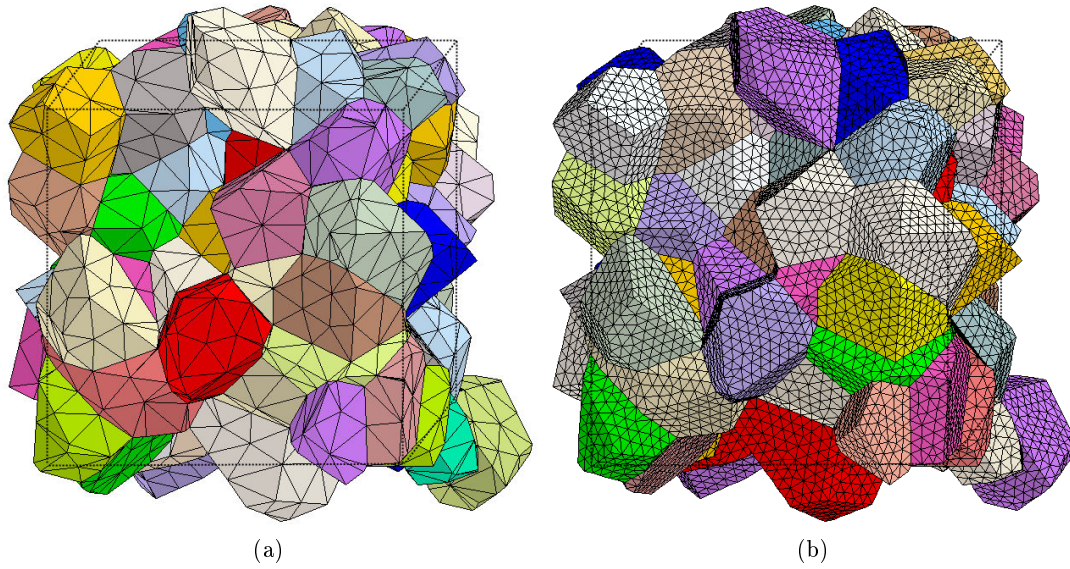


FIGURE B.1 – Maillage d'un même agrégat de Voronoï de 100 grains avec une densité d'éléments finis (a) faible et (b) élevée.

Les maillages de la figure B.1 sont réalisés à l'aide de tétraèdres. Pour une même géométrie et une même densité de maillage, il est possible de jouer sur la nature linéaire ou quadratique des éléments finis. Les tétraèdres linéaires (C3D4) ne possèdent qu'un point de Gauss et 4 nœuds (ses 4 sommets), soit  $4 \times 3 = 12$  degrés de libertés (ddl) que sont les déplacements  $U_1$ ,  $U_2$  et  $U_3$  dans les trois directions. Les tétraèdres quadratiques (C3D10) employés possèdent 4 points de Gauss et 10 nœuds chacun.

La figure B.2 présente la dépendance du comportement macroscopique d'un polycristal vis-à-vis de la densité du maillage et de la nature des éléments finis. Les densités de maillages se classent dans l'ordre suivant :  $d1 < d2 < d3 < d4$ . La densité d1 correspond au maillage de la figure B.1a alors que la densité d4 correspond au maillage de la figure B.1b. La figure B.2b montre que l'utilisation d'éléments finis linéaires conduit à une forte dispersion des résultats, qui traduit une forte sensibilité à la densité du maillage. Plus la densité du maillage est importante,

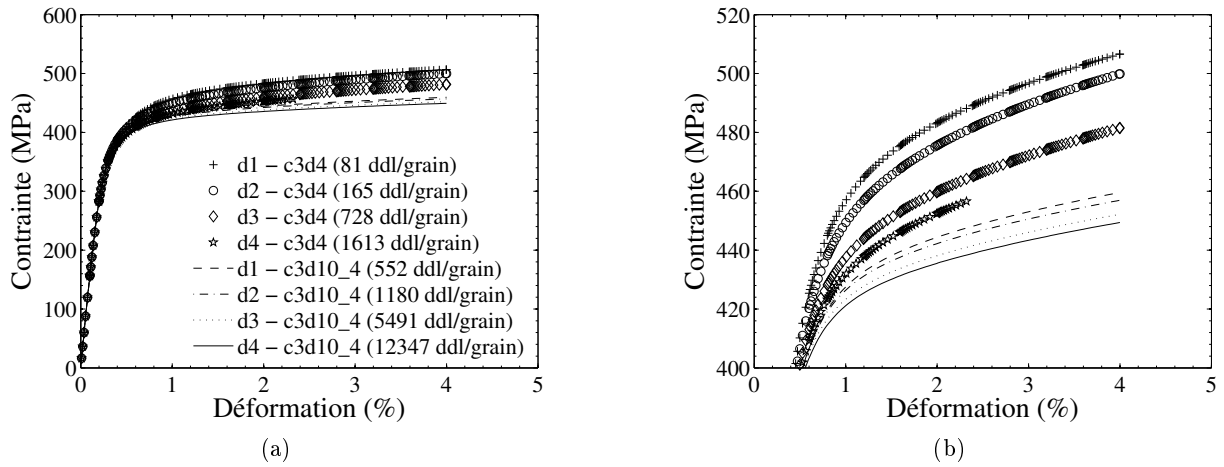


FIGURE B.2 – Influence du type d'éléments finis et de la densité du maillage sur le comportement macroscopique d'un agrégat de 100 grains. (a) Ensemble des courbes de traction et (b) zoom.

moins le comportement obtenu est rigide. Le maillage linéaire le plus dense possède en moyenne 1613 degrés de liberté par grain. Le comportement qui lui est associé reste plus rigide que celui issu de l'association du maillage le moins dense avec des éléments finis quadratiques. Lorsque des éléments quadratiques sont employés, un adoucissement du comportement du polycristal est également observé avec l'augmentation de la densité du maillage (et donc du nombre de degrés de liberté du maillage). L'écart entre le maillage le plus grossier et le maillage le plus fin reste cependant inférieur à 5% en termes de contrainte. Puisque la densité d1 est associée à un calcul 80 fois plus rapide par rapport à la densité d4, les résultats présentés dans le chapitre 6 ont été obtenus en utilisant une densité de maillage modérée (d1) et des éléments finis quadratiques.

## B.3 Comparaison des modélisations polycristallines

### B.3.1 Origine de la déviation entre les modèles PXH et CPFEM

La figure 6.17 indique que pour une texture de fibre réelle, la modélisation auto-cohérente prévoit un comportement plus rigide que la modélisation par éléments finis, et ce quelle que soit la direction de sollicitation. Une différence comprise entre 5% et 10% est ainsi observée.

Cette différence ne provient pas de l'implémentation des lois de comportement locales. La figure B.3a montre en effet que le comportement en traction d'un monocristal sollicité dans trois directions différentes est bien identique entre les deux modèles. L'emploi d'une texture

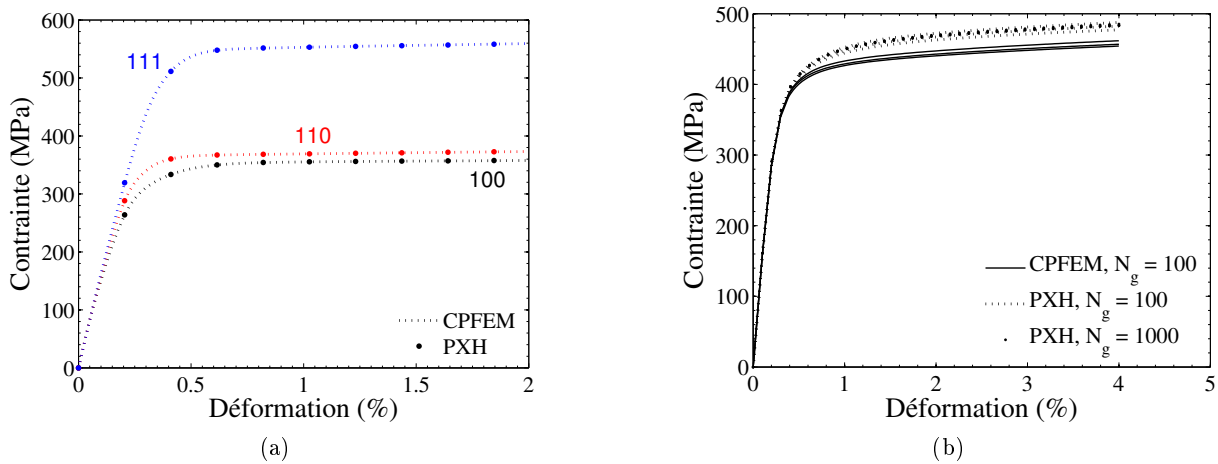


FIGURE B.3 – Comparaison des comportements monocristallins et polycristallins des modèles PXH et CPFEM. (a) Traction sur monocristaux dans les directions [100], [110] et [111]. (b) comportement en traction dans trois directions ( $e_{11}$ ,  $e_{22}$  et  $e_{33}$ ) d'un polycristal constitué de 100 orientations cristallines. Ces dernières définissent une texture isotrope. Comparaison avec une simulation de  $N_g = 1000$  grains avec le modèle d'homogénéisation.

particulière n'est pas non plus la cause de cette différence, comme le montre la figure B.3b. Cette figure présente des résultats obtenus en se basant sur une texture isotrope. Elle présente tout d'abord le comportement d'un polycristal contenant 1000 orientations sollicité dans les directions  $e_{11}$ ,  $e_{22}$  et  $e_{33}$  par le biais du modèle d'homogénéisation. Comme attendu, les trois courbes se superposent, indiquant un comportement isotrope. Lorsqu'un polycristal contenant seulement 100 orientations cristallines (aléatoires) est sollicité dans les mêmes conditions, une certaine dispersion autour de ce comportement apparaît entre les trois directions. Ceci est également visible dans la figure B.3b et indique une nouvelle fois que 100 orientations aléatoires ne permettent pas de décrire un comportement isotrope. En attribuant ces mêmes 100 orientations à un agrégat de Voronoï simulé par le modèle *éléments finis*, une dispersion du même ordre de grandeur est notée entre les trois directions de sollicitations. Elle s'accompagne cependant d'un écart avec les prédictions du modèle PXH. Celles-ci apparaissent supérieures en contrainte, la différence

étant légèrement inférieure à 10%. Le comportement du polycristal dépend donc de la méthode de calcul retenue (homogénéisation auto-cohérente ou éléments finis) même dans le cas d'un matériau quasi-isotrope.

À ce stade, il apparaît que ni la texture, ni l'implémentation des lois de comportement à l'échelle des systèmes de glissement ne sont à l'origine de la différence de comportement observée. Par ailleurs, l'utilisation d'un autre agrégat de Voronoï dans la simulation par éléments finis conduit aux mêmes constatations. Cela indique que c'est l'utilisation de la loi de localisation de Berveiller-Zaoui qui est à mettre en cause. Il semble en effet que lorsqu'elle est associée à un comportement monocristallin tel que défini par les équations 6.1a à 6.1d, elle conduit à surestimer la rigidité du matériau par rapport aux résultats des calculs éléments finis.

La loi de localisation de Berveiller et Zaoui a été établie dans le cas d'un matériau isotrope présentant un écrouissage isotrope linéaire et sollicité de manière monotone et radiale ([Berveiller et Zaoui, 1979], voir B.1.1). Au vu des remarques précédentes, il semble donc que la déviation observée entre la méthode des éléments finis et l'approche auto-cohérente de Berveiller et Zaoui provienne de la nature même des écrouissages décrivant le comportement du monocristal. Dans le modèle employé ici, ces écrouissages sont de nature cinématique et sont non-linéaires.

Afin de comprendre pourquoi la loi de localisation de Berveiller et Zaoui conduit à un comportement s'écartant de celui prédit par la méthode des éléments finis, les deux modèles ont été comparés pour quatre lois de comportement différentes. Puisqu'il s'agit simplement de comprendre l'écart entre les prévisions des deux modèles, ces quatre lois de comportement n'ont aucun lien avec la nuance ODS étudiée. La première loi de comportement est décrite par les équations B.20, qui reviennent à un simple écrouissage isotrope linéaire.

$$\tau_c^s = \tau_0 + \sum_q h_{sq} Q_L \gamma_{cum}^q \quad x^s = 0 \quad \gamma_{cum}^q = \int_0^t |\dot{\gamma}_p^q| \quad (\text{B.20})$$

L'évolution de l'écrouissage isotrope fait intervenir la matrice d'écrouissage  $\mathbf{h}$  ainsi que  $\gamma_{cum}^q$ , le glissement plastique cumulé sur le système de glissement  $q$ . L'écrouissage latent est négligé ( $h_{ij} = 0$  pour  $i \neq j$ ) alors que l'auto-écrouissage est caractérisé par une valeur unitaire ( $h_{ii} = 1$ ). La figure B.4 permet de comparer les comportements monocristallin et polycristallin issus de simulations avec chacun des deux modèles. Comme attendu, les comportements en traction des monocristaux dans trois directions sont parfaitement identiques. Les comportements des polycristaux sont quant à eux très proches. Dans le cas du modèle d'homogénéisation, le polycristal est constitué de 2000 grains. Dans le cas du modèle *éléments finis*, le comportement indiqué correspond à la moyenne de  $N_{sim} = 20$  simulations comportant chacune  $N_g = 100$  grains. Au final, aucun écart de comportement n'est observé lorsque l'écrouissage à l'échelle de chaque système de glissement est isotrope et linéaire.

La seconde loi de comportement employée correspond à un écrouissage cinématique linéaire. Elle est décrite par les équations B.21.

$$\tau_c^s = \tau_0 \quad \dot{x}^s = C_L \dot{\gamma}_p^s \quad x^s(0) = 0 \quad (\text{B.21})$$

Les simulations correspondantes sont présentées dans la figure B.5. Celle-ci s'avère parfaitement

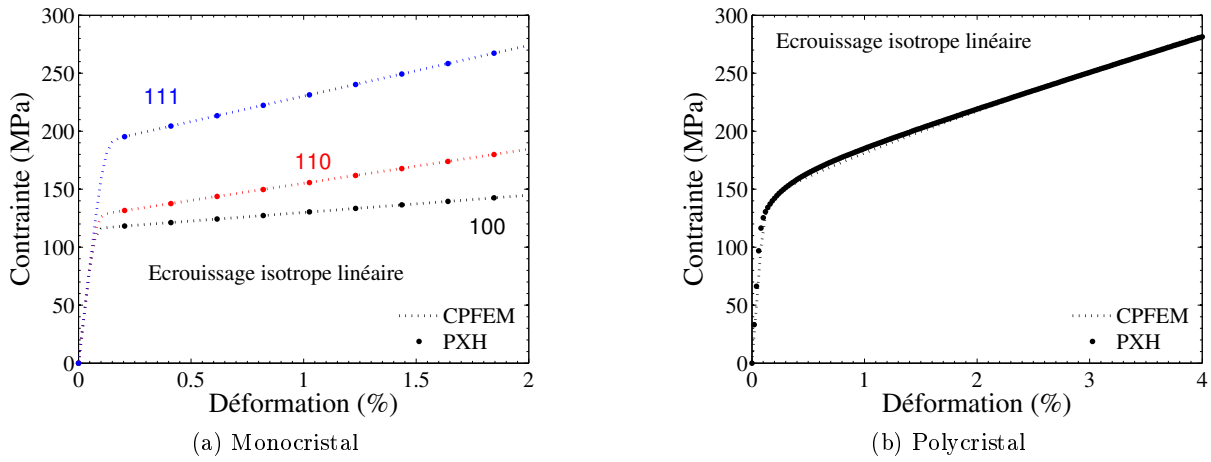


FIGURE B.4 – Comparaison des modèles polycristallins par homogénéisation et par éléments finis. (a) Comportement monocristallin. (b) Comportement moyenné sur un ensemble de 2000 orientations. Écrouissage isotrope linéaire décrit par les équations B.20.

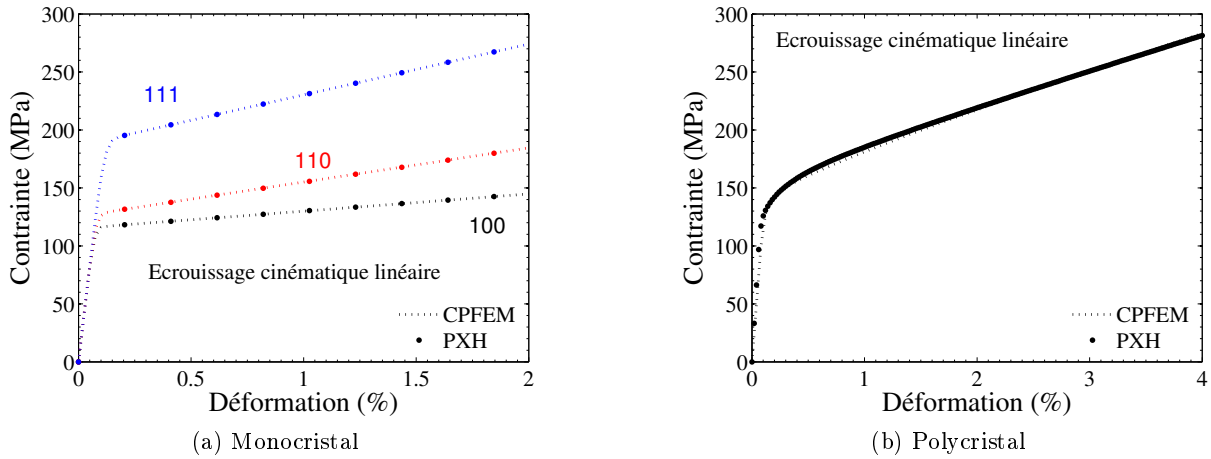


FIGURE B.5 – Comparaison des modèles polycristallins par homogénéisation et par éléments finis. (a) Comportement monocristallin. (b) Comportement moyenné sur un ensemble de 2000 orientations. Écrouissage cinématique linéaire décrit par les équations B.21.

identique à la figure B.4. La conclusion est donc la même : pour un écrouissage cinématique linéaire à l'échelle des systèmes de glissement, la loi de localisation de Berveiller et Zaoui est équivalente à la méthode des éléments finis. La similarité parfaite entre les figures B.5 et B.4 s'explique tout d'abord par le choix du coefficient  $C_L$  de la loi d'écrouissage cinématique. Il a été pris égal à  $Q_L$  (valeur retenue : 2 000 MPa). Ceci explique que les comportements des monocristaux soient identiques. Cette identité des comportements monocristallins conduit à une identité des comportements polycristallins en traction monotone puisque le trajet de chargement de chaque grain reste également monotone, ce qui ne fait pas intervenir la nature cinématique ou isotrope de l'écrouissage.

L'influence de la non-linéarité des écrouissages sur les prédictions respectives des modèles PXH et CPFEM a été étudiée en décrivant d'une part un comportement isotrope non-linéaire (équations B.22) et d'autre part un comportement cinématique non-linéaire (équations B.23).

$$\tau_c^s = \tau_0 + \sum_q h_{sq} Q_{NL} \left(1 - e^{-b_{NL} \gamma_{cum}^q}\right) \quad x^s = 0 \quad (B.22)$$

$$\dot{x}^s = C_{NL} \dot{\gamma}_p^s - D_{NL} x^s |\dot{\gamma}_p^s| \quad \tau_c^s = \tau_0 \quad x^s(0) = 0 \quad (B.23)$$

Les simulations correspondantes sont présentées dans les figures B.6 et B.7. Elles ont été réalisées en prenant  $C_{NL}/D_{NL} = Q_{NL} = 100$  MPa,  $D_{NL} = b_{NL} = 5000$ ,  $\tau_0 = 30$  MPa,  $h_{ij} = 0$  pour  $i \neq j$  et  $h_{ii} = 1$ .

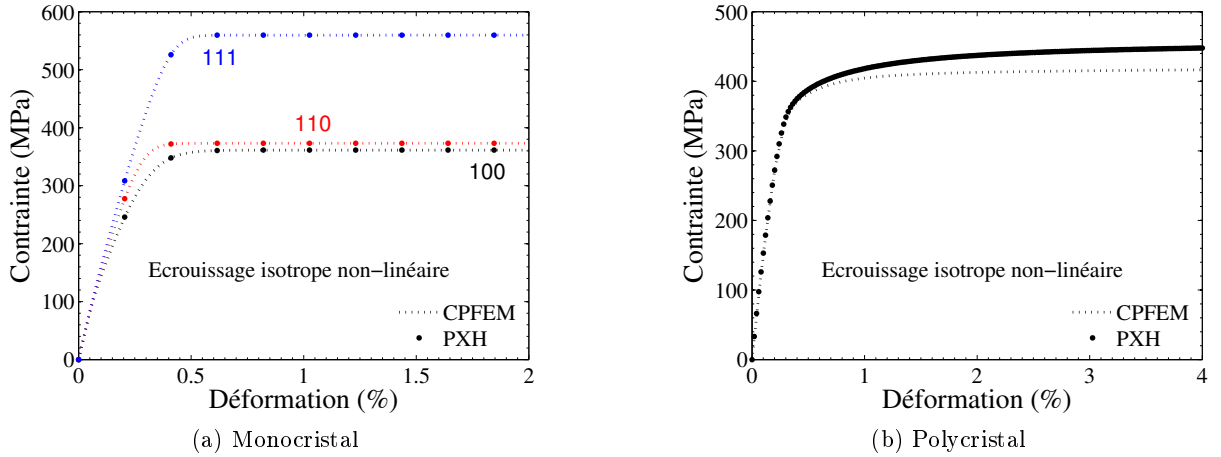


FIGURE B.6 – Comparaison des modèles polycristallins par homogénéisation et par éléments finis. (a) Comportement monocristallin. (b) Comportement moyenné sur un ensemble de 2000 orientations. Écrouissage isotrope non-linéaire décrit par les équations B.22.

Une nouvelle fois, les courbes de traction des figures B.6 et B.7 apparaissent strictement identiques. Ceci est dû au choix des coefficients d'une part et au trajet de chargement monotone d'autre part. Dans les deux cas, une différence est observée entre les deux types de modélisation (figures B.6b et B.7b). Ces comparaisons mettent en avant la déviation du modèle de Berveiller

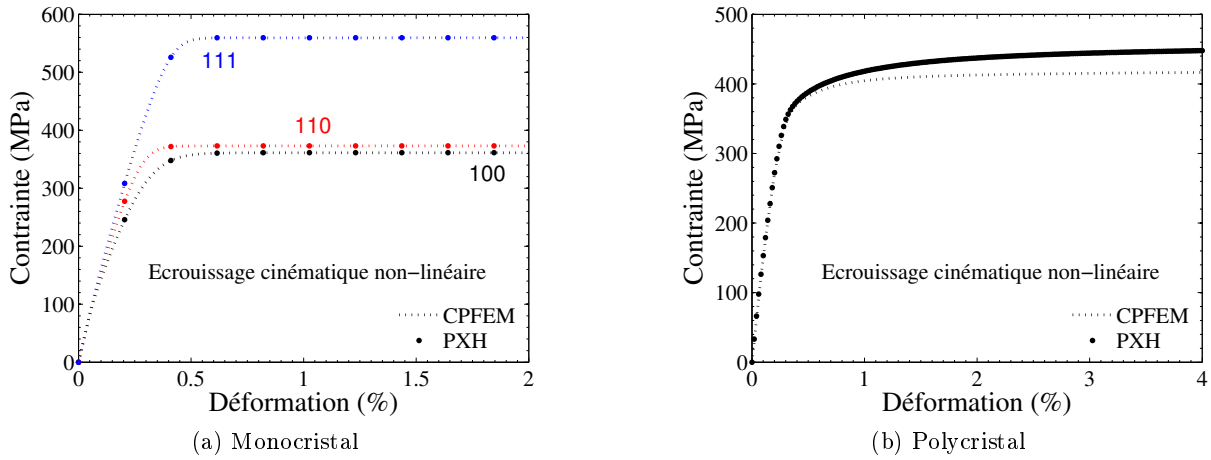


FIGURE B.7 – Comparaison des modèles polycristallins par homogénéisation et par éléments finis. (a) Comportement monocristallin. (b) Comportement moyenné sur un ensemble de 2000 orientations. Écouissage cinématique non-linéaire décrit par les équations B.23.

et Zaoui – par rapport aux éléments finis – en présence d'un écouissage non-linéaire, quelle que soit sa nature. A quasi-saturation de l'écrouissage non-linéaire, une différence de l'ordre de 8% est observée entre les modèles PXH et CPFEM.



## B.4 Simulations à 0°, 45° et 90° de la direction d'extrusion

La simulation d'une sollicitation de traction longitudinale peut s'effectuer à vitesse de déformation imposée ou à vitesse de contrainte imposée. Dans le cas d'une sollicitation longitudinale, les composantes des tenseurs de déformation et de contrainte imposées au cours du chargement sont présentées dans la figure B.8. Elles sont exprimées dans un repère macroscopique orthonormé  $(X, Y, Z)$ . Le matériau est orienté de telle sorte que la direction de filage soit parallèle à  $Z$ .

$$\begin{aligned} \underline{\sigma} &= \begin{pmatrix} 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & \dot{\sigma}t \end{pmatrix} & \underline{\varepsilon} &= \begin{pmatrix} . & . & . \\ . & . & . \\ . & . & . \end{pmatrix} & \underline{\sigma} &= \begin{pmatrix} 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & . \end{pmatrix} & \underline{\varepsilon} &= \begin{pmatrix} . & . & . \\ . & . & . \\ . & . & \dot{\varepsilon}t \end{pmatrix} \\ \text{(a) vitesse de contrainte imposée} & & \text{(b) vitesse de déformation imposée} \end{aligned}$$

FIGURE B.8 – Composantes des contraintes et déformations imposées au cours de la simulation d'un essai de traction uniaxiale longitudinale. La texture de fibre est orientée selon la direction  $Z$ . La sollicitation a lieu selon  $Z$ . Un point (.) indique une composante non imposée.

La simulation d'une sollicitation transverse s'effectue en tirant selon une direction perpendiculaire à la direction longitudinale. En choisissant par exemple de solliciter le matériau dans la direction  $Y$ , les composantes des tenseurs des contraintes et des déformations à imposer sont alors décrites par la figure B.9.

$$\begin{aligned} \underline{\sigma} &= \begin{pmatrix} 0 & 0 & 0 \\ 0 & \dot{\sigma}t & 0 \\ 0 & 0 & 0 \end{pmatrix} & \underline{\varepsilon} &= \begin{pmatrix} . & . & . \\ . & . & . \\ . & . & . \end{pmatrix} & \underline{\sigma} &= \begin{pmatrix} 0 & 0 & 0 \\ 0 & . & 0 \\ 0 & 0 & 0 \end{pmatrix} & \underline{\varepsilon} &= \begin{pmatrix} . & . & . \\ . & \dot{\varepsilon}t & . \\ . & . & . \end{pmatrix} \\ \text{(a) vitesse de contrainte imposée} & & \text{(b) vitesse de déformation imposée} \end{aligned}$$

FIGURE B.9 – Composantes des contraintes et déformations imposées au cours de la simulation d'un essai de traction uniaxiale longitudinale. La texture de fibre est orientée selon la direction  $Z$ . La sollicitation a lieu selon  $Y$ . Un point (.) indique une composante non imposée.

Dans le cas d'une sollicitation à 45° de la direction de filage, la simulation d'un essai en vitesse de contrainte imposée nécessite simplement de projeter la direction de la contrainte appliquée dans le repère macroscopique naturel  $(X, Y, Z)$ . En revanche, pour une déformation à 45° en vitesse de déformation imposée, il est nécessaire de connaître la forme complète du tenseur de déformation afin de pouvoir le projeter dans le repère  $(X, Y, Z)$ . Ceci n'est pas possible lorsque seule la déformation longitudinale est connue. Une autre manière de procéder consiste alors à effectuer un changement de repère. La figure B.10b illustre le cas d'une texture orientée dans la direction  $Z' \parallel Y + Z$ . Une sollicitation selon  $Z$  (ou encore selon  $Y$ ) correspond dans ce cas à une sollicitation à 45° de l'axe de la fibre.

Les deux possibilités pour réaliser des sollicitations à 45° de l'axe de la fibre sont décrites en

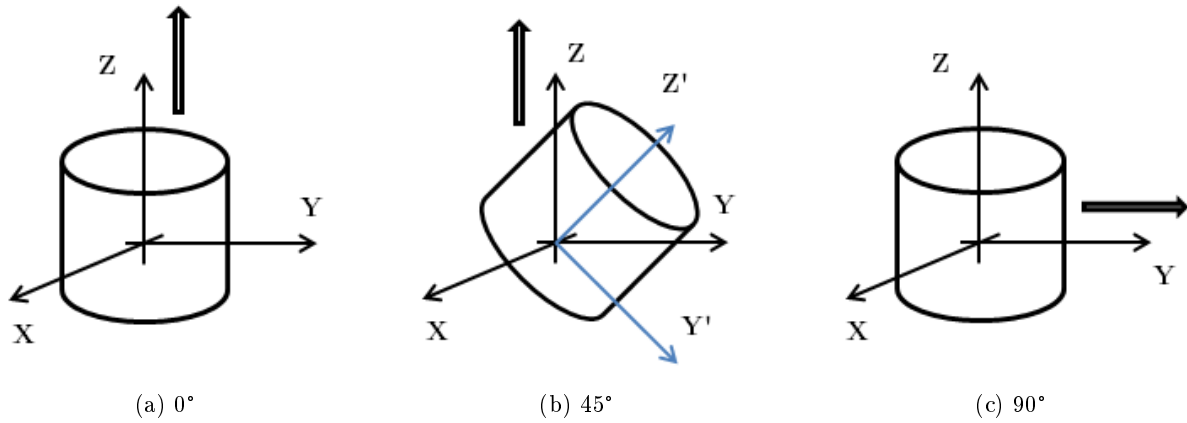


FIGURE B.10 – Illustration des sollicitations à 0°, 45° et 90° de la direction de filage (représentée par l'axe du cylindre).

termes de composantes par la figure B.11.

$$\underline{\sigma} = \dot{\sigma}t \begin{pmatrix} 0 & 0 & 0 \\ 0 & 1/2 & 1/2 \\ 0 & 1/2 & 1/2 \end{pmatrix} \quad \underline{\varepsilon} = \begin{pmatrix} . & . & . \\ . & . & . \\ . & . & . \end{pmatrix} \quad \underline{\sigma} = \begin{pmatrix} 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & . \end{pmatrix} \quad \underline{\varepsilon} = \begin{pmatrix} . & . & . \\ . & . & . \\ . & . & \dot{\varepsilon}t \end{pmatrix}$$

(a) vitesse de contrainte imposée

(b) vitesse de déformation imposée

FIGURE B.11 – Composantes des contraintes et déformations imposées au cours de la simulation d'un essai de traction uniaxiale à 45° de la direction de filage. (a) texture selon Z et sollicitation selon Z'  $\parallel$  Y + Z. (b) texture selon Z'  $\parallel$  Y + Z et sollicitation selon Z (voir figure B.10). Un point (.) indique une composante non imposée.

## B.5 Modélisation macroscopique et fluage

### B.5.1 Évolution asymptotique de la vitesse de déformation

Cette section a pour but de rendre compte de l'évolution de la vitesse de déformation plastique prédite au cours d'un essai de fluage par le modèle de comportement décrit dans le chapitre 4. Les équations décrivant l'évolution de la déformation plastique et des variables d'écrouissage contenant éventuellement un terme de restauration statique sont rappelées ci-dessous dans le cas d'un essai de fluage en traction (uniaxial, monotone). Le terme d'activation thermique a été inclus dans le paramètre  $\dot{\epsilon}_0$ .

$$\dot{\epsilon}_p = \dot{\epsilon}_0 \sinh \left( \frac{V}{k_B T} [\sigma - X - R] \right)$$

$$\dot{X}_i = [C_i - D_i X_i] \dot{\epsilon}_p - \left[ \frac{X_i}{M_x} \right]^{m_x}$$

#### Cas d'un unique écrouissage cinématique, avec restauration statique

Considérons un unique écrouissage possédant un terme de restauration, et déterminons à quoi équivaut l'observation d'une vitesse de fluage constante en traction. Puisque  $\sigma$  et  $R = R_0$  sont eux-mêmes constants,

$$\dot{\epsilon}_p = \text{constante} \iff X = \text{constante} \iff \dot{X} = 0$$

Soit

$$\begin{aligned} \dot{\epsilon}_p &= \text{constante} \\ \iff 0 &= [C - DX] \dot{\epsilon}_p - \left[ \frac{X}{M_x} \right]^{m_x} \\ \iff 0 &= \dot{\epsilon}_0 \sinh \left( \frac{V}{k_B T} [\sigma - X - R] \right) * [C - DX] - \left[ \frac{X}{M_x} \right]^{m_x} \\ \iff \dot{\epsilon}_0 \sinh \left( \frac{V}{k_B T} [\sigma - X - R] \right) * [C - DX] &= \left[ \frac{X}{M_x} \right]^{m_x} \\ \iff f(X) &= g(X) \end{aligned}$$

Dans le cas d'un essai de fluage tel qu'il est envisagé ici, la variable  $X$  varie entre sa valeur initiale  $X = 0$  et sa valeur maximale  $X = C/D$ , pas nécessairement atteinte. Pour  $X = 0$ , le terme à gauche de l'équation précédente est strictement positif, car on a nécessairement  $\sigma > R$  pour permettre le fluage. Le terme à droite est en revanche nul, d'où  $f(X) > g(X)$ . Pour  $X = C/D$ , le terme de gauche s'annule alors que le terme de droite est strictement positif, d'où  $f(X) < g(X)$ . Cette inversion impose, du fait de la continuité des fonctions  $f$  et  $g$ , l'existence d'au moins une

valeur  $X_{eq}$  solution de l'équation  $f(X) = g(X)$ . Cette solution est en réalité unique car les fonctions  $f$  et  $g$  sont strictement monotones, respectivement décroissante et croissante. Elle vaut  $X_{eq} = 0$  lorsque la contrainte de fluage imposée est inférieure ou égale au seuil  $R_0$ .

Cette première analyse démontre qu'avec un unique terme d'écrouissage cinématique dont la restauration est autorisée, une vitesse de fluage constante sera atteinte quelle que soit la valeur de la contrainte de fluage appliquée.

### Cas de deux écrouissages cinématiques, l'un possédant un terme de restauration statique

Dans le cas où un second écrouissage cinématique sans terme de restauration statique est présent, l'observation d'une vitesse de déformation plastique constante équivaut à avoir  $\dot{X} = \dot{X}_1 + \dot{X}_2 = 0$ , soit encore

$$\dot{\epsilon}_p = \text{constante}$$

$$\iff 0 = [C_1 - D_1 X_1] \dot{\epsilon}_p - \left[ \frac{X_1}{M_x} \right]^{m_x} + [C_2 - D_2 X_2] \dot{\epsilon}_p$$

$$\iff 0 = \dot{\epsilon}_p * [[C_1 - D_1 X_1] + [C_2 - D_2 X_2]] - \left[ \frac{X_1}{M_x} \right]^{m_x}$$

$$\iff \dot{\epsilon}_0 \sinh \left( \frac{V}{k_B T} [\sigma - X_1 - X_2 - R] \right) * [[C_1 - D_1 X_1] + [C_2 - D_2 X_2]] = \left[ \frac{X_1}{M_x} \right]^{m_x}$$

$$\iff f(X_1, X_2) = g(X_1)$$

S'il y a eu entrée en plasticité ( $\sigma > R$ ), les variables  $X_1$  et  $X_2$  deviennent et demeurent strictement positives. L'égalité ci-dessus doit alors être vérifiée malgré une évolution des écrouissages, puisque  $X_1$  et  $X_2$  évoluent avec la déformation plastique. Cependant, ces deux variables ne sont pas indépendantes et une résolution analytique telle que celle présentée dans le cas d'un unique écrouissage cinématique est délicate.

Les simulations de fluage présentées dans le chapitre 4 constituent une résolution numérique de ce problème, dans le cas où trois écrouissages sont présents. Elles montrent que différentes situations sont rencontrées en fonction du niveau de contrainte appliqué.

- Dans le cas où la contrainte  $\sigma$  est inférieure au seuil de plasticité  $R$ , aucune déformation plastique ne se produit, la vitesse de fluage est nulle.
- Dans le cas où la contrainte est supérieure au seuil de plasticité  $R$  mais inférieure à l'écrouissage maximal, à savoir  $R < \sigma < R_0 + C_1/D_1 + C_2/D_2$ , deux cas sont possibles. Ils se distinguent en fonction de la *réserve d'écrouissage*, qui est la capacité des variables  $X_2$  et  $X_3$  à compenser une restauration de l'écrouissage  $X_1$ . Si la réserve d'écrouissage des variables  $X_2$  et  $X_3$  est suffisante pour compenser la restauration totale de l'écrouissage  $X_1$ ,  $X_1$  va alors tendre vers zéro, n'autorisant plus de phénomène de restauration, et conduisant donc à l'arrêt du fluage. Ainsi, pour une réserve d'écrouissage suffisante, la vitesse de fluage tend vers zéro (en un temps théoriquement infini). Dans l'autre cas, la réserve d'écrouissage n'est pas suffisante, c'est-à-dire que  $X_2$  atteint sa valeur à saturation avant que l'écrouissage

- $X_1$  ne se soit totalement restauré. Une réelle situation d'équilibre est alors trouvée entre l'écroûissage et la restauration de la variable  $X_1$ , comme démontré précédemment.
- Dans le cas où le niveau de contrainte appliqué dépasse l'écroûissage maximal, à savoir  $\sigma > R_0 + C_1/D_1 + C_2/D_2$ , toutes les variables d'écroûissage vont atteindre leur valeur asymptotique. La contrainte effective, non nulle et constante, conduit alors à une vitesse de fluage constante.

## Annexe C

# Texture cristallographique

### Sommaire

<b>C.1</b>	<b>Figures de densité de pôles et indice de texture . . . . .</b>	<b>250</b>
<b>C.2</b>	<b>Génération de texture . . . . .</b>	<b>252</b>

La notion de texture cristallographique est importante dans l'étude des nuances ODS ferritiques puisqu'elle marque, avec la texture morphologique, l'anisotropie microstructurale des nuances élaborées par extrusion à chaud, et non recristallisées. Cette annexe a pour but de présenter les notions de figure de densité de pôles et d'indice de texture, qui permettent de caractériser différentes textures. Elle s'attache également à décrire comment ont été obtenues les différentes textures qui ont été utilisées dans le chapitre 6 concernant la modélisation de l'anisotropie.

## C.1 Figures de densité de pôles et indice de texture

Les nuances ODS ferritiques consolidées par extrusion à chaud présentent une forte texture cristallographique de type fibre  $\langle 110 \rangle$ . Ce type de texture peut être caractérisé par sa figure de densité de pôles  $\{110\}$  ainsi que par son indice de texture  $J$ .

### Figure de densité de pôles $\{110\}$

La figure C.1a correspond à la figure de densité de pôles  $\{110\}$  de la nuance J05, obtenue par mesure DRX. La densité de pôles  $\{110\}$   $d_{\{110\}}(\chi, \phi)$  dans la direction définie par les angles  $(\chi, \phi)$  (définis dans la figure C.1b) est donnée par l'équation C.1, dans laquelle  $I_{\{110\}}(\chi, \phi)$  désigne l'intensité diffractée dans cette même direction.

$$d_{\{110\}}(\chi, \phi) = \frac{I_{\{110\}}(\chi, \phi)}{\frac{1}{2\pi} \int_{\chi, \phi} I_{\{110\}}(\chi, \phi) \partial\chi \partial\phi} \quad (\text{C.1})$$

Du fait de l'invariance quasi-parfaite par rotation autour de la direction d'extrusion, la représentation de ce type de texture peut être réduite à une coupe méridienne de la figure de densité de pôles, illustrée par la figure C.1b. La coupe obtenue est présentée dans la figure C.2a. Elle

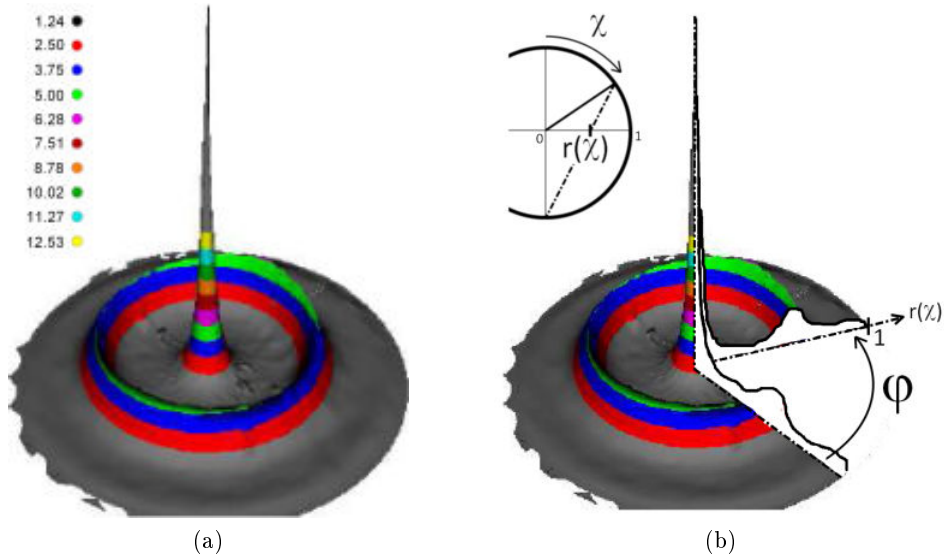


FIGURE C.1 – Comparaison des densité de pôles  $\{110\}$  issues des données DRX et EBSD. (a) Illustration de la coupe radiale de la figure de densité de pôles. (b) Densité de pôles normalisée.

représente l'évolution de l'intensité diffractée par les plans  $\{110\}$  mesurée en DRX en fonction de l'angle  $\chi$ , défini sur la figure C.1b. Cette coupe peut ensuite être normalisée<sup>a</sup> (figure C.2b) et

a. afin que l'aire sous la courbe soit égale à 1.

être utilisée pour définir la densité cumulée décrite dans la figure C.2c. On obtient deux courbes qui caractérisent la texture de fibre du matériau. Ces courbes peuvent également être obtenues à partir de mesures de texture locale (par EBSD). Le paragraphe suivant décrit succinctement la manière d'y parvenir. À partir de données EBSD, il est possible de récupérer une liste d'orien-

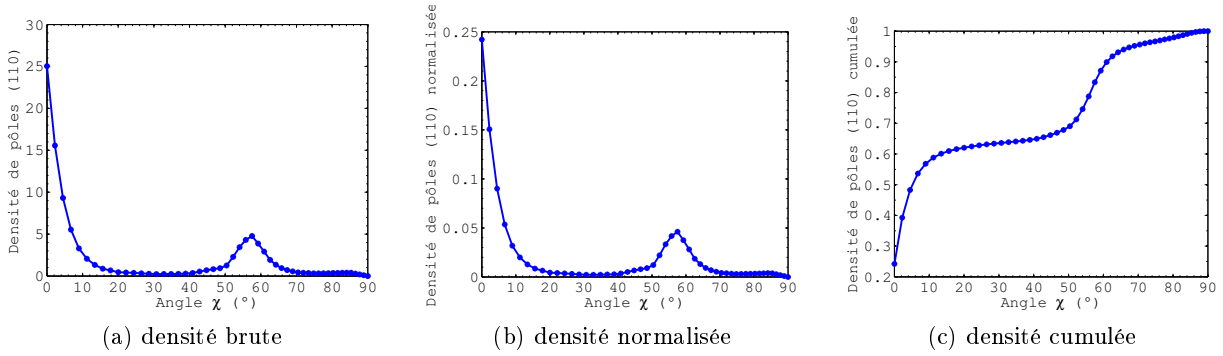


FIGURE C.2 – Traitement des données de texture permettant une comparaison qualitative de l'intensité des textures de fibre  $\{110\}$ .

tations cristallographiques, sous la forme d'une liste de triplets d'angles d'Euler par exemple. La longueur de cette liste peut correspondre au nombre de clichés de Kikuchi qui ont été indexés, ou bien au nombre total de grains identifiés. Dans ce dernier cas, il est usuel de choisir les triplets d'angles d'Euler de telle sorte que chacun représente l'orientation moyenne d'un grain. À partir de cette liste d'orientations, il est possible de représenter sur la sphère unité l'ensemble des directions  $\langle 110 \rangle$ . Cela revient à déterminer pour chaque direction considérée le couple  $(\phi, \chi)$  qui permet de repérer cette direction dans l'espace. À partir de ces données, on peut alors tracer une densité radiale de pôles normalisée analogue à celle de la figure C.2b. Pour ce faire, il est nécessaire de tracer l'histogramme  $h(\chi)$  décrivant la distribution des valeurs de l'angle  $\chi$  et de le normaliser afin de s'affranchir de la rotation autour de l'axe de la fibre. Cette étape s'effectue en divisant les valeurs de l'histogramme  $h(\chi)$  par  $2\pi \sin(\chi)$ . On peut alors obtenir un tracé analogue à celui de la figure C.2c.

### Indice de texture

L'indice de texture  $J$  permet d'évaluer l'écart d'une texture donnée avec une distribution d'orientations parfaitement isotrope. L'indice de texture est défini à partir de la fonction de distribution des orientations cristallines (FDOC). Pour une orientation cristalline  $g$  donnée, la FDOC indique la fraction volumique des grains dont l'orientation cristalline vaut  $g$  à  $dg$  près [Singh, 1999]. L'indice de texture est une norme définie par l'équation C.3. Il vaut 1 dans le cas d'une distribution isotrope.



$$f(g) dg = \frac{dV(g)}{V} \quad (C.2)$$

$$J = \int_g f(g)^2 dg \quad (C.3)$$

$$g = (\varphi_1, \phi, \varphi_2) \quad (C.4)$$

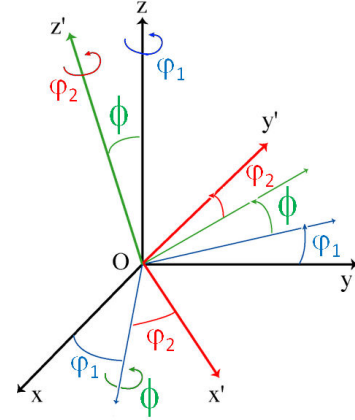


FIGURE C.3 – Définition de la fonction de distribution des orientations cristallines, de l'indice de texture et rappel de la définition des angles d'Euler permettant de passer d'un repère  $(x, y, z)$  à un repère  $(x', y', z')$ .

## C.2 Génération de texture

L'évaluation de l'effet de texture à l'aide des modèles polycristallins présentés dans le chapitre 6 nécessite de disposer de listes d'orientations correspondant à des textures de fibre  $\{110\}$  d'intensité plus ou moins forte.

### Texture réelle

La première texture à évaluer est bien sûr la texture réelle du matériau. Celle-ci a été définie à partir d'une cartographie EBSD réalisée sur la nuance J05. 2000 orientations ont été tirées aléatoirement parmi l'ensemble des pixels indexés au cours de l'analyse. Le nombre total de pixels indexés étant très important (plus de 180000) différents tirages ont été réalisés. Tous conduisent à un indice de texture  $J$  compris entre 5,6 et 7,1, c'est-à-dire similaire à la valeur obtenue par détermination de la FDOC à partir des mesures de texture par DRX.

### Génération d'une texture isotrope

Une texture de comparaison naturelle est la texture isotrope, dont l'indice de texture vaut 1. Il suffit pour cela (i) de définir de manière aléatoire un repère orthonormé dans l'espace, (ii) de définir le triplet d'angles d'Euler correspondant à cette orientation et (iii) de recommencer l'opération autant de fois que d'orientations souhaitées.

#### Définition d'une orientation donnée

1. Déterminer de manière aléatoire un point A sur la sphère unité centrée en  $O = (0, 0, 0)$ . Le premier vecteur de base de la maille cubique cristalline est alors  $(100) = \overrightarrow{OA}$ .

2. Déterminer de manière aléatoire un point B sur la sphère unité permettant de définir un plan  $(O, A, B)$ . La direction du second vecteur de base de la maille cristalline est alors définie par la projection du vecteur  $\overrightarrow{OB}$  sur le plan de normal  $OA$ .
3. Le troisième vecteur de base est défini comme le produit vectoriel des deux premiers.

#### *Tirage aléatoire d'un point sur une sphère*

Afin de placer de manière aléatoire un point sur une sphère  $\mathcal{S}_{\{C, R\}}$  de rayon  $R$  centrée en  $C = (x, y, z)$ , il suffit de tirer une valeur  $\varphi$  aléatoirement dans l'intervalle  $[-\pi; +\pi]$  et une valeur  $S$  dans l'intervalle  $[-1; +1]$ . Les coordonnées  $(u, v, w)$  du point sont alors définies par les relations suivantes :

$$u = x + R\sqrt{1 - S^2} \times \cos \varphi \quad v = y + R\sqrt{1 - S^2} \times \sin \varphi \quad w = z + RS \quad (\text{C.5})$$

#### *Définition d'un triplet d'angles d'Euler pour une orientation donnée*

Soit une base orthonormée  $\mathcal{B}' = (e'_1, e'_2, e'_3)$  dont l'orientation est définie à l'aide d'un triplet d'angles d'Euler  $(\varphi_1, \phi, \varphi_2)$  à partir d'une base orthonormée  $\mathcal{B} = (e_1, e_2, e_3)$ . Soient  $X_{\mathcal{B}}$  et  $X_{\mathcal{B}'}$  les coordonnées d'un vecteur  $X$  dans les bases  $\mathcal{B}$  et  $\mathcal{B}'$ . La relation de changement de base s'écrit :  $X_{\mathcal{B}} = \underline{P}X_{\mathcal{B}'}$  avec

$$\underline{P} = \begin{pmatrix} \cos \varphi_1 \cos \varphi_2 - \sin \varphi_1 \cos \phi \sin \varphi_2 & -\cos \varphi_1 \sin \varphi_2 - \sin \varphi_1 \cos \phi \cos \varphi_2 & \sin \varphi_1 \sin \phi \\ \sin \varphi_1 \cos \varphi_2 + \cos \varphi_1 \cos \phi \sin \varphi_2 & -\sin \varphi_1 \sin \varphi_2 + \cos \varphi_1 \cos \phi \cos \varphi_2 & -\cos \varphi_1 \sin \phi \\ \sin \phi \sin \varphi_2 & \sin \phi \cos \varphi_2 & \cos \phi \end{pmatrix}$$

Les trois lignes de la matrice  $\underline{P}$  correspondent aux coordonnées des vecteurs  $e'_1, e'_2$  et  $e'_3$  exprimées dans la base  $\mathcal{B}$ . En connaissant ces coordonnées, il est donc possible de déterminer un triplet d'angles  $(\varphi_1, \phi, \varphi_2)$  caractérisant l'orientation retenue.

### **Génération d'une texture de fibre parfaite**

On peut également souhaiter comparer la texture réelle du matériau avec une texture de fibre  $\{110\}$  *parfaite*, c'est-à-dire pour laquelle chaque orientation cristalline a une direction du type  $\langle 110 \rangle$  parallèle à la direction d'extrusion ED. Pour cela, la démarche suivante peut être adoptée :

1. Choisir un vecteur  $D$  parmi les 24 vecteurs de type  $\langle 110 \rangle$  d'une maille cubique centrée.
2. Choisir une direction aléatoire dans l'espace (un point sur une sphère) et imposer  $D \parallel \text{ED}$ .
3. Choisir un angle de manière aléatoire permettant de définir une rotation de la maille cristalline autour de la direction  $D \parallel \text{ED}$ .

Cette opération doit être répétée autant de fois que d'orientations souhaitées. Au final, on obtient une texture pour laquelle l'indice de texture vaut 17.

### Génération de textures semi-expérimentales

Une procédure de génération de texture a été mise en place afin de disposer de listes d'orientations les plus proches possible des données issues de la DRX (et non pas de l'EBSD). La procédure consiste à utiliser la densité cumulée de pôles  $\{110\}$  de la figure C.2b. Celle-ci définit la probabilité pour qu'une direction  $\langle 110 \rangle$  forme un angle  $\chi$  avec la direction d'extrusion. Plusieurs stratégies ont alors été mises en place.

La première stratégie consiste à tirer une valeur de l'angle  $\chi$  dans l'histogramme expérimental et à l'associer à une direction  $\langle 110 \rangle$ . Une rotation de la maille cristalline autour de la direction retenue (définie par l'angle  $\chi$ ) est alors appliquée. Cette méthode est insuffisante puisque la rotation aléatoire appliquée confère une nature quasi-isotrope à la texture ainsi générée.

Une seconde stratégie consiste dans un premier temps à tirer une valeur de l'angle  $\chi = \chi_1$  dans l'histogramme expérimental et de l'associer à une direction  $\langle 110 \rangle$ . La rotation de la maille cristalline autour de cette direction est alors déterminée en effectuant un second tirage au sein de l'histogramme des angles  $\chi$ , à savoir  $\chi_2$ , et à lui associer une seconde direction de type  $\langle 110 \rangle$ . L'orientation de la maille cristalline est alors complètement déterminée. Cette stratégie permet donc de déterminer une liste d'orientations à partir de laquelle on peut retracer l'histogramme cumulé de la figure C.2c. Malheureusement, cette stratégie échoue également à reproduire la courbe expérimentale. Effectuer un tirage aléatoire de deux angles  $(\chi_1, \chi_2)$  ne correspond donc pas à l'observation. Ceci semble indiquer que ces deux variables ne sont en réalité pas indépendantes.

En modifiant la donnée d'entrée, à savoir la fonction de probabilité souhaitée pour les variables  $\chi_1$  et  $\chi_2$ , il a été possible de générer deux textures de fibres s'approchant des données expérimentales. La procédure suivie consiste à restreindre les domaines dans lesquels les valeurs de ces deux variables sont respectivement retenues. En tirant ces deux angles non pas entre  $0^\circ$  et  $90^\circ$  mais entre  $0^\circ$  et  $20^\circ$ , une texture de fibre très prononcée est obtenue. En tirant au contraire  $\chi_1$  entre  $0^\circ$  et  $30^\circ$  mais en choisissant  $\chi_2$  entre  $0^\circ$  et  $90^\circ$ , une texture de fibre moins prononcée est générée. Les indices des deux textures de fibre ainsi générées valent 2,6 et 6,0.

### Bilan des textures disponibles

Le tableau C.1 répertorie les différentes listes d'orientations disponibles pour la modélisation polycristalline. La figure C.4 permet de visualiser les différences entre ces textures en termes de densité de pôles  $\{110\}$  cumulée.

Texture	Indice de texture	Mode de détermination
Texture isotrope	$J = 1,0$	aléatoire
Texture de fibre $\{110\}$ modérée	$J = 2,6$	semi-expérimental (DRX)
Texture de fibre $\{110\}$ réelle	$J = 5,9$	expérimental (EBSD)
Texture de fibre $\{110\}$ marquée	$J = 6,0$	semi-expérimental (DRX)
Texture de fibre $\{110\}$ parfaite	$J = 17,0$	aléatoire

Tableau C.1 – Indices de texture des différentes listes d'orientation utilisées dans le cadre de la modélisation polycristalline.

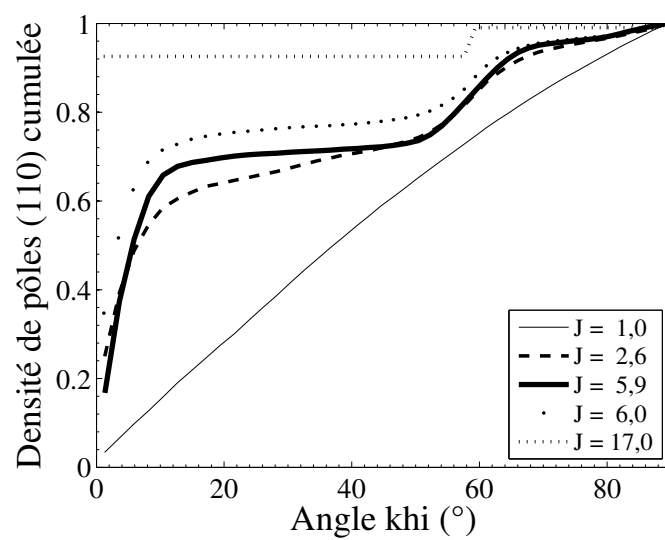


FIGURE C.4 – Densités cumulées de pôles  $\{110\}$  des différentes textures disponibles.



## Annexe D

# Caractérisations mécaniques

### Sommaire

<b>D.1 Géométries d'éprouvette</b>	<b>257</b>
<b>D.2 Essais de traction</b>	<b>260</b>

Cette annexe a pour but de présenter les détails des caractérisations mécaniques effectuées.

### D.1 Géométries d'éprouvette

Du fait des différentes caractérisations mécaniques réalisées et des contraintes en termes de quantité de matière disponible, plusieurs géométries d'éprouvettes ont été utilisées au cours de ce travail de thèse. L'utilisation de ces différentes géométries répond à la nécessité d'utiliser le moins de matière possible tout en ayant des éprouvettes adaptées aux dispositifs expérimentaux utilisés.

#### Éprouvettes de traction

##### *Éprouvettes de traction standard*

La géométrie standard utilisée en traction a été définie afin de permettre un prélèvement des éprouvettes dans une section transverse de la barre ODS dont le diamètre mesure 15 mm. Il s'agit d'éprouvettes plates de longueur totale  $L_t = 14$  mm et d'épaisseur  $e = 0,75$  mm. La partie utile de l'éprouvette mesure 6 mm de long pour 1,5 mm de large. La section utile de l'éprouvette mesure ainsi  $S_0 = 0,75 * 1,5 = 1,125$  mm<sup>2</sup> et vérifie la relation D.1 [NF EN ISO 6892-1, 2009]. Le rayon de congé retenu est de 1 mm.

$$L_u = 5,65 * \sqrt{S_0} \tag{D.1}$$

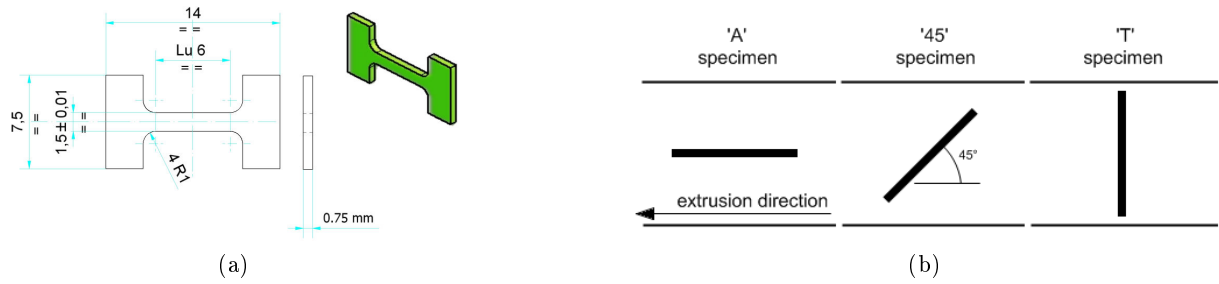


FIGURE D.1 – (a) Géométrie des éprouvettes de traction standard et (b) orientation des prélèvements effectués.

### Éprouvettes de traction cylindriques à sections circulaire et carrée

Des éprouvettes de section plus importantes ont également été utilisées pour les essais de fluage, de relaxation et également pour certains essais de traction. Elles ne peuvent être prélevées que dans la direction longitudinale de la barre. Il s'agit d'éprouvettes cylindriques à section circulaire de 3 mm et 3,5 mm de diamètre pour des longueurs utiles respectives de 15 mm et 18 mm. Les sections utiles mesurent respectivement 7,07 et 9,62 mm<sup>2</sup>, et respectent donc également l'équation D.2. Certains essais rapportés ici ont par ailleurs été réalisés sur éprouvettes à section carrée 2 mm \* 2 mm [Praud, 2009].

$$L_u = 5 * D_u = 5 * \sqrt{\frac{\pi}{4} S_0} = 5,65 * \sqrt{S_0} \quad (D.2)$$

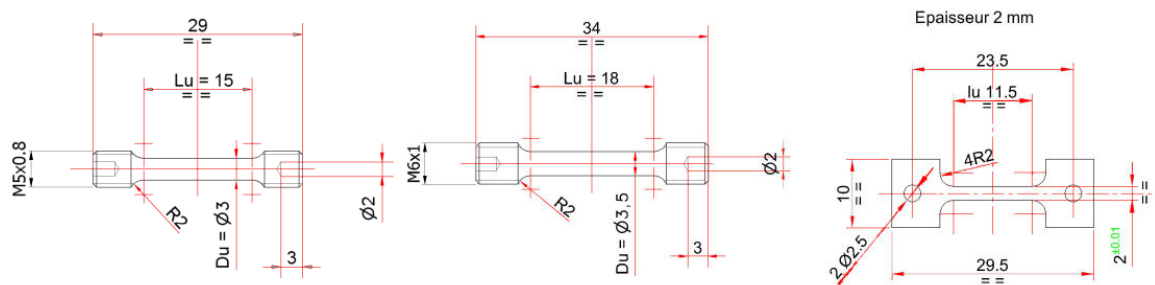


FIGURE D.2 – Géométrie d'éprouvettes longitudinales à sections circulaire et carrée.

### Éprouvettes de fatigue

Les essais de fatigue réalisés sur la nuance F43 [Kuběna *et al.*, 2011, Kuběna *et al.*, 2012] ont été effectués sur des éprouvettes cylindriques de 2 mm de diamètre utile et de 7,6 mm de

longueur utile prélevées parallèlement à la direction d'extrusion. Les résultats de deux autres

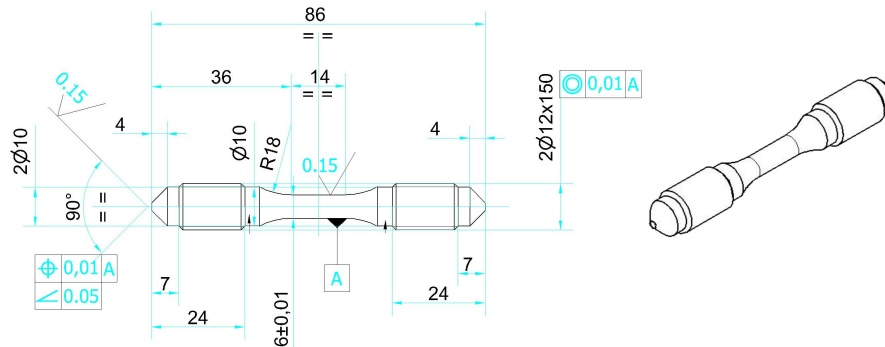


FIGURE D.3 – Géométrie d'éprouvette de fatigue.

essais réalisés sur la nuance F43 par Christel Caës au SRMA sont également présentés dans ce mémoire. Il s'agit d'un essai de fatigue-fluage et d'un essai de fatigue. La géométrie employée est celle d'une éprouvette de fatigue, présentée dans la figure D.3. Cette même géométrie a également été employée pour la réalisation de l'essai de fluage alterné en traction / compression.

### Éprouvettes de relaxation

Deux géométries d'éprouvettes ont été employées pour la réalisation des essais de relaxation. La première est une géométrie *classique* présentée dans la figure D.4a. Elle possède des collets permettant l'utilisation d'un extensomètre pour mesurer la déformation de la partie utile de l'éprouvette. Les autres éprouvettes utilisées sont identiques aux éprouvettes cylindriques de traction de 3,5 mm de diamètre (figure D.4b).

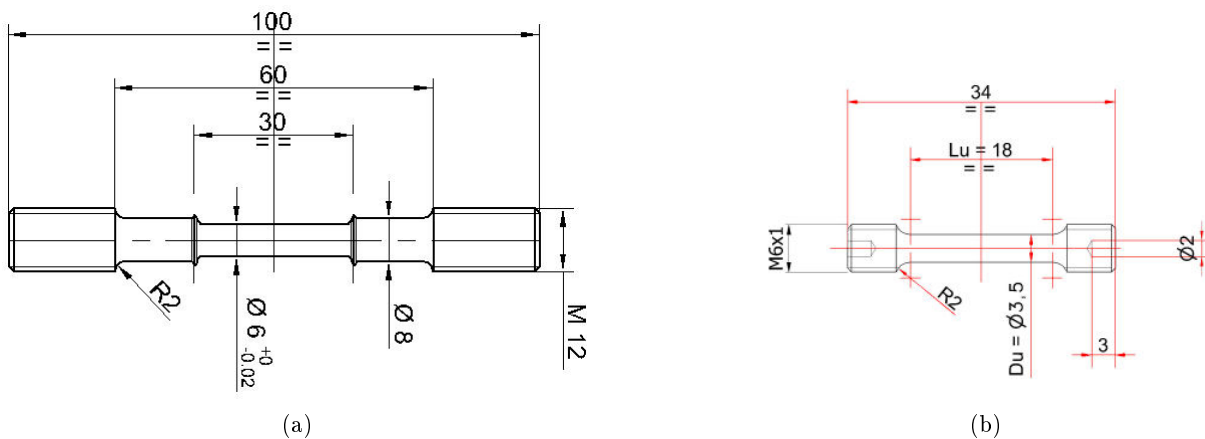


FIGURE D.4 – Géométrie des éprouvettes utilisées pour les essais de relaxation.



## D.2 Essais de traction

### Effet de la géométrie d'éprouvette

Des essais de traction ont été menés sur éprouvettes longitudinales de géométrie standard et de géométrie  $\phi 3$ . Cela permet une comparaison des résultats obtenus et une validation de l'emploi de la géométrie la plus petite. En termes de résistance mécanique, les faibles dimensions des éprouvettes standard exigent une mesure précise de l'aire de leur section avant essai. Malgré cela, une dispersion des résultats est relevée. Celle-ci est visible sur la figure D.5a qui présente des courbes de traction à trois vitesses de déformation pour chacune des deux géométries. Les éprouvettes standard conduisent généralement à une légère sous-estimation des niveaux de contrainte par rapport aux éprouvettes de section plus importante. La figure D.5b montre qu'il n'y a pas d'effet notable de la géométrie sur la déformation à rupture sur l'ensemble de la plage de température explorée. Aucun effet de la géométrie de la section de l'éprouvette (ronde, carrée, rectangulaire) n'est par ailleurs noté en ce qui concerne la réduction d'aire à rupture des éprouvettes.

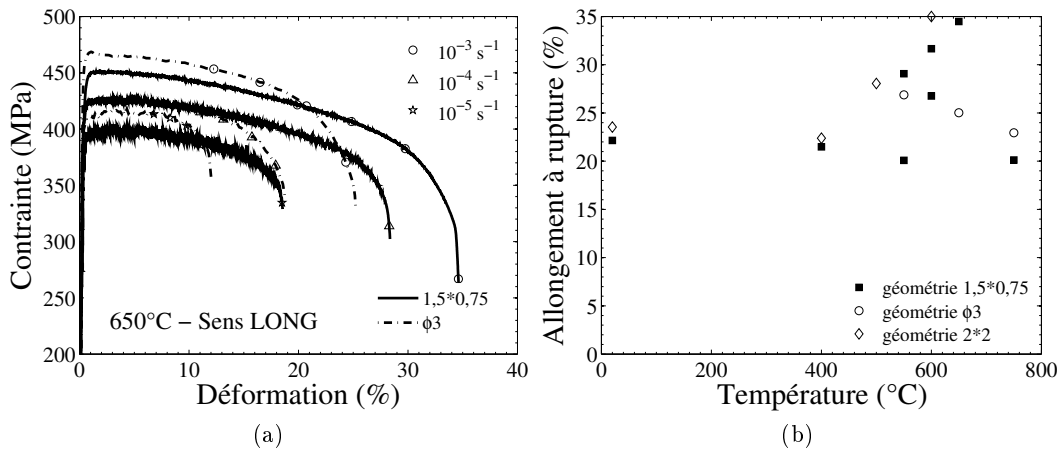


FIGURE D.5 – Influence de la géométrie d'éprouvette (a) sur le comportement longitudinal en traction à 650°C (illustré pour trois vitesses de déformation) et (b) sur la ductilité longitudinale (illustré en fonction de la température pour une vitesse de déformation de  $10^{-3} \text{ s}^{-1}$ ). Grandeurs conventionnelles.

### Courbes rationnelle et conventionnelle

Par défaut, les courbes de traction uniaxiale présentées dans ce mémoire décrivent l'évolution de la contrainte rationnelle  $\sigma_{rat} = F/S$  en fonction de la déformation conventionnelle  $\varepsilon_{conv} = \Delta L/L_0$  où  $F$  est la force mesurée,  $S$  l'aire de la section courante de l'éprouvette,  $\Delta L$  l'allongement de l'éprouvette et  $L_0$  la valeur initiale de la longueur utile de l'éprouvette. La contrainte rationnelle est déterminée sous l'hypothèse usuelle de déformation plastique à volume constant, qui permet de relier la section de l'éprouvette à son allongement (sans avoir à mesurer la section de l'éprouvette

au cours de l'essai). Ce traitement est valide jusqu'à l'apparition de la striction, c'est-à-dire jusqu'à localisation de la déformation.

La figure D.6 illustre la comparaison avec les courbes décrivant l'évolution de la contrainte conventionnelle ( $\sigma_{conv} = F/S_0$  où  $S_0$  est la section initiale de l'éprouvette) en fonction de la déformation conventionnelle  $\varepsilon_{conv}$ . Ces courbes sont tracées jusqu'à rupture. L'utilisation de la contrainte rationnelle conduit naturellement à une augmentation de l'écrouissage du matériau, puisque  $\sigma_{rat} = \sigma_{conv} * (1 + \varepsilon_{conv})$ . L'adoucissement apparent des essais de traction à haute tem-

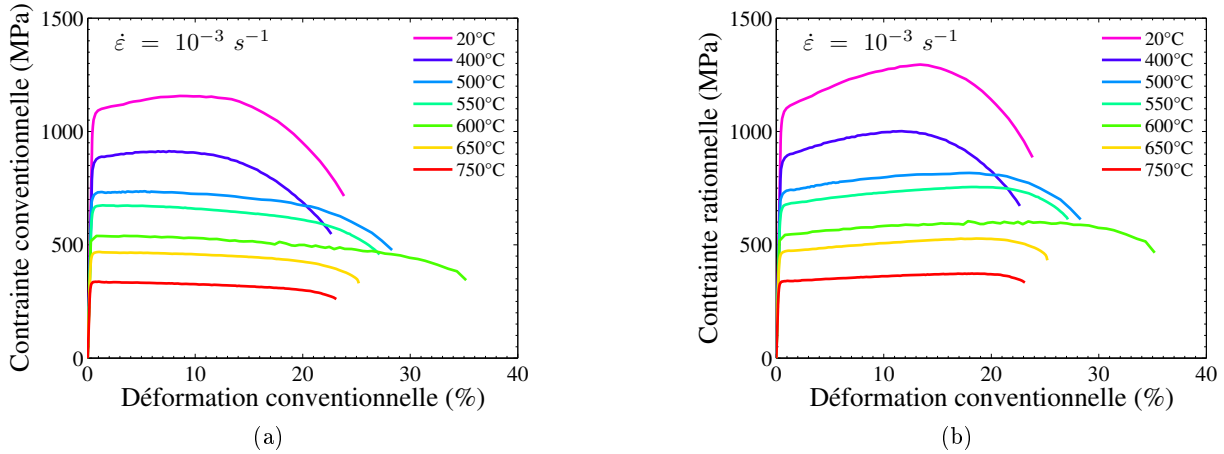


FIGURE D.6 – Comparaison des dépouillements des essais (a) en contrainte conventionnelle et (b) en contrainte rationnelle en fonction de la déformation conventionnelle.

pérature de la figure D.6a laisse place à un très léger écrouissage en contrainte rationnelle (figure D.6b).

### Localisation de la déformation

La localisation de la déformation au cours d'un essai de traction d'un matériau métallique se produit généralement lorsque le critère de Considère est atteint, à savoir lorsque  $dF = 0$  [Considère, 1885]. Ceci revient à  $\partial\sigma/\partial\varepsilon = \sigma$  ( $\sigma$  contrainte rationnelle). L'apparition de la striction sur la nuance ODS étudiée ne respecte pas ce critère de Considère. L'adoucissement apparent observé par exemple en traction à 750°C ne correspond pas à l'apparition d'une striction. Cela a été constaté par Mathilde Praud par suivi optique de la déformation au cours d'essais de traction et corrélation d'images à l'aide du logiciel CorrelManuv [Praud, 2009, Praud, 2011]. La striction n'apparaît pas au maximum de la force mais plutôt au maximum de la contrainte rationnelle, ce que montrent les figures D.7 et D.8.

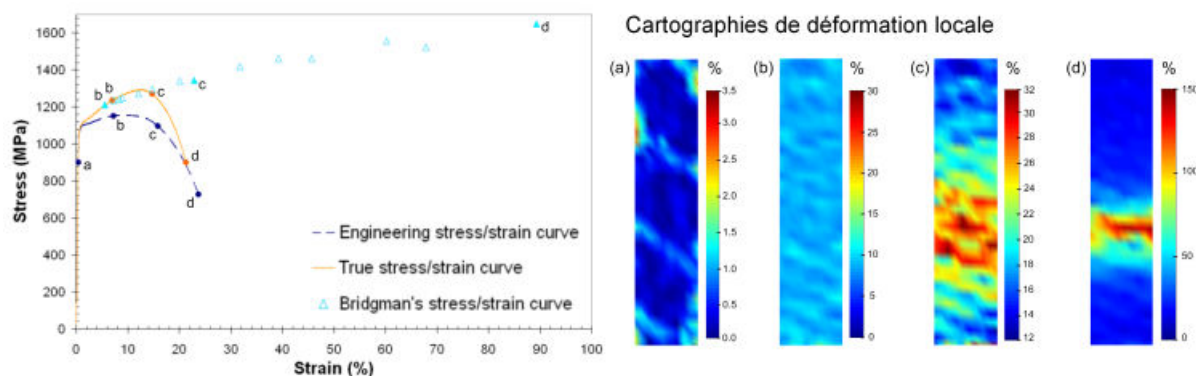


FIGURE D.7 – Suivi optique de la déformation en cours d'essai de traction à 20°C. La localisation de la déformation, visible sur la cartographie (c) se produit approximativement au maximum de la contrainte rationnelle. D'après [Praud, 2011, Steckmeyer *et al.*, 2010].

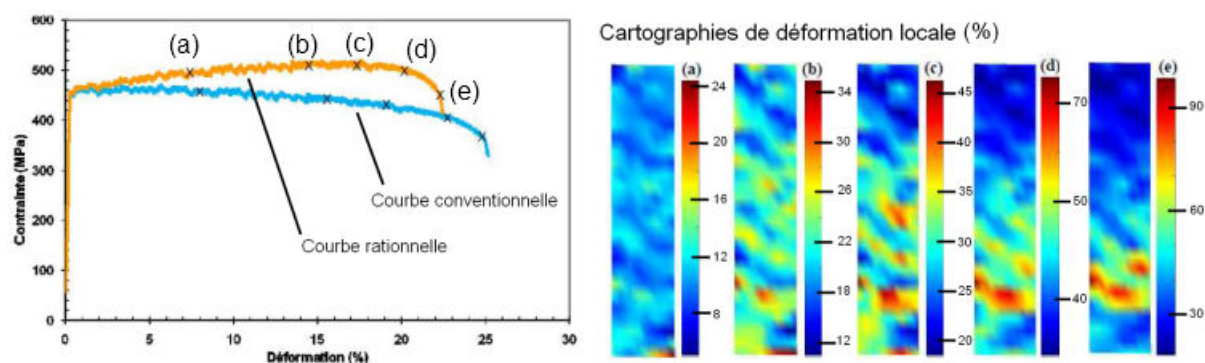


FIGURE D.8 – Suivi optique de la déformation en cours d'essai de traction à 600°C. La localisation de la déformation, visible sur la cartographie (c) se produit approximativement au maximum de la contrainte rationnelle. D'après [Praud, 2011].

# Bibliographie

- [Alamo *et al.*, 2007] ALAMO, A., BERTIN, J., SHAMARDIN, V. et WIDENT, P. (2007). Mechanical properties of 9Cr martensitic steels and ODS-FeCr alloys after neutron irradiation at 325°C up to 42 dpa. *Journal of Nuclear Materials*, 367-370:54–59.
- [Alamo *et al.*, 2004] ALAMO, A., LAMBARD, V., AVERTY, X. et MATHON, M. H. (2004). Assessment of ODS-14%Cr ferritic alloy for high temperature applications. *Journal of Nuclear Materials*, 329:333–337.
- [Alamo *et al.*, 1992] ALAMO, A., REGLE, H., PONS, G. et BECHADE, J. L. (1992). Microstructures and textures of ODS ferritic alloys obtained by mechanical alloying. In SHINGU, P. H., éditeur : *Mechanical Alloying*, volume 88, pages 183–190. Trans. Tech. Publications.
- [Alinger *et al.*, 2009] ALINGER, M., ODETTE, G. et HOELZER, D. (2009). On the role of alloy composition and processing parameters in nanocluster formation and dispersion strengthening in nanostuctured ferritic alloys. *Acta Materialia*, 57(2):392–406.
- [Alinger *et al.*, 2004] ALINGER, M. J., ODETTE, G. R. et HOELZER, D. T. (2004). The development and stability of Y-Ti-O nanoclusters in mechanically alloyed Fe-Cr based ferritic alloys. *Journal of Nuclear Materials*, 329:382–386.
- [Alinger *et al.*, 2002] ALINGER, M. J., ODETTE, G. R. et LUCAS, G. E. (2002). Tensile and fracture toughness properties of MA957 : implications to the development of nanocomposited ferritic alloys. *Journal of Nuclear Materials*, 307:484–489.
- [Allain et Bouaziz, 2008] ALLAIN, S. et BOUAZIZ, O. (2008). Microstructure based modeling for the mechanical behavior of ferrite-pearlite steels suitable to capture isotropic and kinematic hardening. *Materials Science and Engineering : A*, 496(1 - 2):329–336.
- [Allen *et al.*, 2008] ALLEN, T., GAN, J., COLE, J., MILLER, M., BUSBY, J., SHUTTHANANDAN, S. et THEVUTHASAN, S. (2008). Radiation response of a 9 chromium oxide dispersion strengthened steel to heavy ion irradiation. *Journal of Nuclear Materials*, 375(1):26–37.
- [Allen *et al.*, 2009] ALLEN, T. R., BURLET, H., NANSTAD, R. K., SAMARAS, M. et UKAI, S. (2009). Advanced structural materials and cladding. *Materials Research Society Bulletin*, 34:20–27.
- [Ansell et Weertman, 1959] ANSELL, G. et WEERTMAN, J. (1959). Creep of a dispersion-hardened aluminium alloy. *Transactions of the metallurgical society of the AIME*, 215:838–842.
- [Armstrong et Frederick, 1966] ARMSTRONG, P. J. et FREDERICK, C. O. (1966). A mathematical representation of the multiaxial baushinger effect. Rapport technique, Berkeley Nuclear Laboratories.

- [Arzt, 1990] ARZT, E. (1990). Creep of dispersion strengthened materials - a critical assessment. *Res Mechanica*, 31(4):399–453.
- [Arzt et Ashby, 1982] ARZT, E. et ASHBY, M. F. (1982). Threshold stresses in materials containing dispersed particles. *Scripta Metallurgica*, 16(11):1285–1290.
- [Arzt et Gohring, 1998] ARZT, E. et GOHRING, E. (1998). A model for dispersion strengthening of ordered intermetallics at high temperatures. *Acta Materialia*, 46(18):6575–6584.
- [Arzt et Rosler, 1988] ARZT, E. et ROSLER, J. (1988). The kinetics of dislocation climb over hard particles. 2. effects of an attractive particle-dislocation interaction. *Acta Metallurgica*, 36(4):1053–1060.
- [Arzt et Wilkinson, 1986] ARZT, E. et WILKINSON, D. S. (1986). Threshold stresses for dislocation climb over hard particles - The effect of an attractive interaction. *Acta Metallurgica*, 34(10):1893–1898.
- [Asano *et al.*, 1988] ASANO, K., KOHNO, Y., KOHYAMA, A., SUZUKI, T. et KUSANAGI, H. (1988). Microstructural evolution of an oxide dispersion strengthened steel under charged particle irradiation. *Journal of Nuclear Materials*, 155-157:928–934.
- [Ashby, 1972] ASHBY, M. (1972). A first report on deformation-mechanism maps. *Acta Metallurgica*, 20(7):887–897.
- [Baluc *et al.*, 2011] BALUC, N., BOUTARD, J., DUDAREV, S., RIETH, M., CORREIA, J. B., FOURNIER, B., HENRY, J., LEGENDRE, F., LEGUEY, T., LEWANDOWSKA, M., LINDAU, R., MARQUIS, E., MUNOZ, A., RADIGUET, B. et OKSIUTA, Z. (2011). Review on the EFDA work programme on nano-structured ODS RAF steels. *Journal of Nuclear Materials*, 417(1-3):149–153.
- [Barbe *et al.*, 2001a] BARBE, F., DECKER, L., JEULIN, D. et CAILLETAUD, G. (2001a). Intergranular and intragranular behavior of polycrystalline aggregates. part 1 : Fe model. *International Journal of Plasticity*, 17(4):513–536.
- [Barbe *et al.*, 2001b] BARBE, F., FOREST, S. et CAILLETAUD, G. (2001b). Intergranular and intragranular behavior of polycrystalline aggregates. part 2 : Results. *International Journal of Plasticity*, 17(4):537–563.
- [Bartsch *et al.*, 1999] BARTSCH, M., WASILKOWSKA, A., CZYRSKA-FILEMONOWICZ, A. et MESSERSCHMIDT, U. (1999). Dislocation dynamics in the oxide dispersion strengthened alloy INCOLOY MA956. *Materials Science and Engineering : A*, 272(1):152–162.
- [Béchade, 2009] BÉCHADE, J.-L. (2009). Analyse de texture en diffraction des rayons X sur différents alliages ODS. Rapport technique DEN/DANS/DMN/SRMA/LA2M/NE/2009-17, CEA Saclay.
- [Benjamin, 1970] BENJAMIN, J. (1970). Dispersion strengthened superalloys by mechanical alloying. *Metallurgical Transactions*, 1:2943–2951.
- [Benjamin, 1992] BENJAMIN, J. (1992). Mechanical alloying - History and future potential. *Advances in powder metallurgy and material processing*, 7:155–168.
- [Berger *et al.*, 2011] BERGER, A., HERWEGH, M., SCHWARZ, J.-O. et PUTLITZ, B. (2011). Quantitative analysis of crystal/grain sizes and their distributions in 2D and 3D. *Journal of Structural Geology*, 33(12):1751–1763.

- [Berveiller et Zaoui, 1979] BERVEILLER, M. et ZAOUI, A. (1979). Extension of the self-consistent scheme to plastically-flowing polycrystals. *Journal of Mechanics and Physics of Solids*, 26:325–244.
- [Besson *et al.*, 2011] BESSON, J., CAILLETAUD, G., CHABOCHE, J. et FOREST, S. (2011). *Mécanique non linéaire des matériaux*. Hermès - Lavoisier.
- [Bhadeshia, 1997] BHADESHIA, H. (1997). Recrystallisation of practical mechanically alloyed iron-base and nickel-base superalloys. *Materials Science and Engineering a-Structural Materials Properties Microstructure and Processing*, 223(1-2):64–77.
- [Blum et Zeng, 2009] BLUM, W. et ZENG, X. (2009). A simple dislocation model of deformation resistance of ultrafine-grained materials explaining Hall-Petch strengthening and enhanced strain rate sensitivity. *Acta Materialia*, 57(6):1966–1974.
- [Bornert *et al.*, 2001a] BORNERT, M., BRETHERAU, T. et GILORMINI, P. (2001a). *Homogénéisation en mécanique des matériaux 1*. Hermès Science Publications.
- [Bornert *et al.*, 2001b] BORNERT, M., BRETHERAU, T. et GILORMINI, P. (2001b). *Homogénéisation en mécanique des matériaux 2*. Hermès Science Publications.
- [Bouaziz *et al.*, 2008] BOUAZIZ, O., ALLAIN, S. et SCOTT, C. (2008). Effect of grain and twin boundaries on the hardening mechanisms of twinning-induced plasticity steels. *Scripta Materialia*, 58(6):484–487.
- [Bouaziz et Bréchet, 2009] BOUAZIZ, O. et BRÉCHET, Y. (2009). Physical relationship between mean-field micro-mechanical approach and Orowan looping in particle-strengthened materials. *Scripta Materialia*, 60(6):366–368.
- [Boutard *et al.*, 2008] BOUTARD, J. L., ALAMO, A., LINDAU, R. et RIETH, M. (2008). Fissile core and tritium-breeding blanket : structural materials and their requirements. *Comptes Rendus Physique*, 9(3-4):287–302.
- [Brandes *et al.*, 2012] BRANDES, M., KOVARIK, L., MILLER, M., DAEHN, G. et MILLS, M. (2012). Creep behavior and deformation mechanisms in a nanocluster strengthened ferritic steel. *Acta Materialia*, 60(4):1827–1839.
- [Brocq, 2010] BROCCQ, M. (2010). *Synthèse et caractérisation d'un acier ODS préparé par un procédé inspiré du broyage réactif - Etude de l'influence des conditions de broyage et recuit*. Thèse de doctorat, Université de Rennes 1.
- [Brocq *et al.*, 2011] BROCCQ, M., RADIGUET, B., POISSONNET, S., CUVILLY, F., PAREIGE, P. et LEGENDRE, F. (2011). Nanoscale characterization and formation mechanism of nanoclusters in an ODS steel elaborated by reactive-inspired ball-milling and annealing. *Journal of Nuclear Materials*, 409(2):80–85.
- [Byun *et al.*, 2010] BYUN, T. S., KIM, J. H., YOON, J. H. et HOELZER, D. T. (2010). High temperature fracture characteristics of a nanostructured ferritic alloy (nfa). *Journal of Nuclear Materials*, 407(2):78–82.
- [Caillard et Martin, 2003] CAILLARD, D. et MARTIN, J. L. (2003). Thermally activated mechanisms in crystal plasticity. In *Pergamon Materials Series*, volume 8. Pergamon.

- [Cailletaud, 1987] CAILLETAUD, G. (1987). *Une approche micro-mécanique phénoménologique du comportement inélastique des métaux*. Thèse de doctorat, Université Pierre et Marie Curie, Paris IV.
- [Cailletaud, 1992] CAILLETAUD, G. (1992). A micromechanical approach to inelastic behavior of metals. *International Journal of Plasticity*, 8(1):55–73.
- [Capdevila *et al.*, 2008] CAPDEVILA, C., MILLER, M., RUSSELL, K., CHAO, J. et GONZALEZ-CARRASCO, J. (2008). Phase separation in PM2000 Fe-base ODS alloy : Experimental study at the atomic level. *Materials Science and Engineering : A*, 490(1-2):277–288.
- [Carlton et Ferreira, 2007] CARLTON, C. et FERREIRA, P. (2007). What is behind the inverse Hall-Petch effect in nanocrystalline materials? *Acta Materialia*, 55(11):3749–3756.
- [Cayron *et al.*, 2012] CAYRON, C., MONTANI, A., VENET, D. et de CARLAN, Y. (2012). Caractérisations microstructurales d'éprouvettes d'acier 14Cr ODS fluées à 800°C. Rapport technique DRT/LITEN/DEHT/LCPEM/CC/12-057, CEA Grenoble.
- [Chaboche, 1989] CHABOCHE, J. (1989). Constitutive equations for cyclic plasticity and cyclic viscoplasticity. *International Journal of Plasticity*, 5(3):247–302.
- [Chou et Bhadeshia, 1993] CHOU, T. S. et BHADESHIA, H. (1993). Grain control in mechanically alloyed oxide dispersion-strengthened MA957 steel. *Materials Science and Technology*, 9(10): 890–897.
- [Chou et Bhadeshia, 1994] CHOU, T. S. et BHADESHIA, H. (1994). Recrystallization temperatures in mechanically alloyed oxide-dispersion-strengthened MA956 and MA957 steels. *Materials Science and Engineering a-Structural Materials Properties Microstructure and Processing*, 189(1-2):229–233.
- [Considère, 1885] CONSIDÈRE, A. G. (1885). Mémoires sur l'emploi du fer et de l'acier dans les constructions. *Annales des Ponts et Chaussées*, 9:574–775.
- [Coolidge, 1912] COOLIDGE, W. D. (1912). Tungsten and method of making the same for use as filaments of incandescent electric lamps and for other purposes. *US Patent 1082933*, General Electric Company.
- [Cordero *et al.*, 2012] CORDERO, N., FOREST, S., BUSO, E., BERBENNI, S. et CHERKAOUI, M. (2012). Grain size effects on plastic strain and dislocation density tensor fields in metal polycrystals. *Computational Materials Science*, 52(1):7–13.
- [Cottrell, 1953] COTTRELL, A. (1953). *Dislocations and plastic flow in crystals*. Oxford University Press.
- [Courtney, 1990] COURTNEY, H. T. (1990). Mechanical behavior of materials. *In Series in Materials science and engineering*. McGraw-Hill.
- [Couvrat, 2011] COUV RAT, M. (2011). *Fabrication d'aciers ODS à hautes performances : relation procédé-microstructure-propriétés mécaniques*. Thèse de doctorat, Université de Rennes.
- [De Bremaecker, 1994] DE BREMAECKER, A. (1994). *Les aciers inoxydables ferritiques et leur fragilisation sous irradiation*. Thèse de doctorat, Université Catholique de Louvain.
- [De Bremaecker, 2011] DE BREMAECKER, A. (2011). Past research and fabrication conducted at SCK-CEN on ferritic ODS alloys used as cladding for FBRs fuel pins. *Journal of Nuclear Materials*.

- [Delannay *et al.*, 2009] DELANNAY, L., MELCHIOR, M., SIGNORELLI, J., REMACLE, J.-F. et KUWABARA, T. (2009). Influence of grain shape on the planar anisotropy of rolled steel sheets – evaluation of three models. *Computational Materials Science*, 45(3):739–743.
- [Diard *et al.*, 2005] DIARD, O., LECLERQ, S., ROUSSELIER, G. et CAILLETAUD, G. (2005). Evaluation of finite element based analysis of 3D multicrystalline aggregates plasticity. Application to crystal plasticity model identification and the study of stress and strain fields near grain boundaries. *International Journal of Plasticity*, 21:691–722.
- [Dubuisson *et al.*, 2011] DUBUISSON, P., de CARLAN, Y., GARAT, V. et BLAT, M. (2011). ODS ferritic/martensitic alloys for sodium fast reactor fuel pin cladding. *Journal of Nuclear Materials*.
- [Dubuisson *et al.*, 1993] DUBUISSON, P., GILBON, D. et SÉRAN, J. (1993). Microstructural evolution of ferritic-martensitic steels irradiated in the fast breeder reactor Phénix. *Journal of Nuclear Materials*, 205(0):178–189.
- [Eshelby, 1957] ESHELBY, J. D. (1957). The determination of the elastic field of an ellipsoidal inclusion, and related problems. *Proceedings of the Royal Society of London Series A-Mathematical and Physical Sciences*, 241(1226):376–396.
- [Essmann et Mughrabi, 1979] ESSMANN, U. et MUGHRABI, H. (1979). Annihilation of dislocations during tensile and cyclic deformation and limits of dislocation densities. *Philosophical Magazine A*, 40(6):731–756.
- [Estrin et Mecking, 1984] ESTRIN, Y. et MECKING, H. (1984). A unified phenomenological description of work hardening and creep based on one-parameter models. *Acta Metallurgica*, 32(1):57–70.
- [Evers *et al.*, 2004] EVERS, L., BREKELMANS, W. et GEERS, M. (2004). Scale dependent crystal plasticity framework with dislocation density and grain boundary effects. *International Journal of Solids and Structures*, 41(18-19):5209–5230.
- [Fandeur, 2001] FANDEUR, O. (2001). *Etude expérimentale et modélisation mécanique de la corrosion sous contrainte des gaines en Zircaloy-4*. Thèse de doctorat, Ecole Centrale de Paris.
- [Feaugas, 1999] FEAUGAS, X. (1999). Contribution à la compréhension des mécanismes de déformation plastique et d'endommagement des matériaux : un point de vue expérimental. Mémoire d'habilitation à diriger des recherches. Université de Technologie de Compiègne.
- [Filacchioni, 2007] FILACCHIONI, G. (2007). Preliminary results on creep behavior of the last generation of ODS Eurofer 97 steel. Materials Progress and Review Meeting, 18-21 juin, EFDA, Barcelone.
- [Fischer, 1976] FISCHER, J. J. (1976). Dispersion-strengthened ferritic alloy for use in liquid-metal fast breeder reactors. *US Patent 4075010*, The International Nickel Company, Inc.
- [Fleischer, 1963] FLEISCHER, R. (1963). Substitutional solution hardening. *Acta Metallurgica*, 11(3):203–209.
- [Fournier *et al.*, 2006] FOURNIER, B., SAUZAY, M., CAËS, C., NOBLECOURT, M. et MOTTOT, M. (2006). Analysis of the hysteresis loops of a martensitic steel. Part I : Study of the influence of strain amplitude and temperature under pure fatigue loadings using an enhanced stress partitioning method. *Materials Science and Engineering*, 437:183–196.



- [Franciosi, 1983] FRANCIOSI, P. (1983). Glide mechanisms in bcc crystals : and investigation of the case of  $\alpha$ -iron through multislip and latent hardening tests. *Acta Metallurgica*, 31:1331–1341.
- [François *et al.*, 1991] FRANÇOIS, D., PINEAU, A. et ZAOUÏ, A. (1991). *Comportement mécanique des matériaux - Tome 1 : élasticité et plasticité*. Hermès.
- [François *et al.*, 1993] FRANÇOIS, D., PINEAU, A. et ZAOUÏ, A. (1993). *Comportement mécanique des matériaux - Tome 2 : viscoplasticité, endommagement, mécanique de la rupture, mécanique du contact*. Hermès.
- [Fribourg *et al.*, 2011] FRIBOURG, G., BRECHET, Y., DESCHAMPS, A. et SIMAR, A. (2011). Microstructure-based modelling of isotropic and kinematic strain hardening in a precipitation-hardened aluminium alloy. *Acta Materialia*, 59(9):3621–3635.
- [Friedel, 1964] FRIEDEL, J. (1964). *Dislocations*, volume 3. Pergamon Press.
- [Frost et Ashby, 1982] FROST, H. J. et ASHBY, M. F. (1982). *Deformation-mechanisms maps, The plasticity and creep of metals and ceramics*. Pergamon Press.
- [Furukawa *et al.*, 2009] FURUKAWA, T., OHTSUKA, S., INOUE, M., OKUDA, T., ABE, F., OHNUKI, S., FUJISAWA, T. et KIMURA, A. (2009). Super ODS steels R&D for fuel cladding of next generation nuclear systems. 4) mechanical properties at elevated temperatures. *International Congress on Advanced Nuclear Power Plants (ICAPP), Tokyo, Japan, May 10-14, 2009*, 1: 9221–9225.
- [Garde *et al.*, 1972] GARDE, A., SANTHANAM, A. et REED-HILL, R. (1972). The significance of dynamic strain aging in titanium. *Acta Metallurgica*, 20(2):215 – 220.
- [GIF, 2002] GIF (2002). Accord de développement. [www-geniv.org](http://www-geniv.org).
- [Graff, 2006] GRAFF, S. (2006). *Viscoplastic behavior of zirconium alloys in the temperatures range 20°C – 400°C : characterization and modeling of strain ageing phenomena*. Thèse de doctorat, Ecole des Mines de Paris.
- [Gérard *et al.*, 2009] GÉRARD, C., NGUYEN, F., OSIPOV, N., CAILLETAUD, G., BORNERT, M. et CALDEMAISON, D. (2009). Comparison of experimental results and finite element simulation of strain localization scheme under cyclic loading. *Computational Materials Science*, 46(3):755–760.
- [Grosdidier *et al.*, 2004] GROSDIDIER, T., SUZON, E. et WAGNER, F. (2004). Primary recrystallization in an ODS FeAl alloy : an effective way to modify texture and microstructure. *Intermetallics*, 12(6):645–654.
- [Grot et Spruiell, 1975] GROT, A. et SPRUIELL, J. (1975). Microstructural stability of titanium-modified type 316 and type 321 stainless steel. *Metallurgical Transactions A*, 6A:2023–2030.
- [Guessasma *et al.*, 2008] GUESSASMA, S., SUZON, E., GROSDIDIER, T. et WAGNER, F. (2008). Static recrystallisation in an ODS FeAl alloy : The effect of particles on texture and anisotropic grain growth developments. *Intermetallics*, 16(8):1013–1025.
- [Hadraba *et al.*, 2011] HADRABA, H., FOURNIER, B., STRATIL, L., MALAPLATE, J., ROUFFIÉ, A.-L., WIDENT, P., ZIOLEK, L. et BÉCHADE, J.-L. (2011). Influence of microstructure on impact properties of 9-18%Cr ODS steels for fusion/fission applications. *Journal of Nuclear Materials*, 411(1-3):112–118.

- [Hasegawa *et al.*, 2009] HASEGAWA, A., EJIRI, M., NOGAMI, S., ISHIGA, M., KASADA, R., KIMURA, A., ABE, K. et JITSUKAWA, S. (2009). Effects of helium on ductile-brittle transition behavior of reduced-activation ferritic steels after high-concentration helium implantation at high temperature. *Journal of Nuclear Materials*, 386-388:241–244.
- [Hayashi *et al.*, 2008] HAYASHI, T., SAROSI, P. M., SCHNEIBEL, J. H. et MILLS, M. J. (2008). Creep response and deformation processes in nanocluster-strengthened ferritic steels. *Acta Materialia*, 56(7):1407–1416.
- [He *et al.*, 2011] HE, P., KLIMENKOV, M., LINDAU, R. et MOSLANG, A. (2011). Characterization of precipitates in nano structured 14% Cr ODS alloys for fusion application. *Journal of Nuclear Materials*.
- [Hill, 1965] HILL, R. (1965). Continuum micro-mechanics of elasto-plastic polycrystals. *Journal of Mechanics and Physics of Solids*, 13:89–101.
- [Hirata *et al.*, 2011] HIRATA, A., FUJITA, T., WEN, Y. R., SCHNEIBEL, J. H., LIU, C. T. et CHEN, M. W. (2011). Atomic structure of nano-clusters in oxide dispersion strengthened steels. *Nature Materials*, 10:922–926.
- [Hsiung *et al.*, 2011] HSIUNG, L., FLUSS, M., TUMEY, S., KUNTZ, J., EL-DASHER, B., WALL, M., CHOI, B., KIMURA, A., WILLAIME, F. et SERRUYS, Y. (2011). HRTEM study of oxide nanoparticles in K3-ODS ferritic steel developed for radiation tolerance. *Journal of Nuclear Materials*, 409(2):72–79.
- [Hsiung *et al.*, 2010] HSIUNG, L. L., FLUSS, M. J. et KIMURA, A. (2010). Structure of oxide nanoparticles in Fe-16Cr MA/ODS ferritic steel. *Materials Letters*, 64(16):1782–1785.
- [Hösler *et al.*, 1991] HÖSLER, M., RAABE, D. et LÜCKE, K. (1991). Rolling and recrystallisation textures of BCC steels. *Steel Research*, 62:567–757.
- [Hu *et al.*, 1992] HU, Z., RAUCH, E. F. et TEODOSIU, C. (1992). Work-hardening behavior of mild steel under stress reversal at large strains. *International Journal of Plasticity*, 8(7):839–856.
- [Huet, 1967] HUET, J. (1967). *Powder Metallurgy*, 10:208–215.
- [Huml et Fogelholm, 1994] HUML, P. et FOGELHOLM, R. (1994). Simulation model of cold pilgering. *Journal of Materials Processing Technology*, 42(2):167–173.
- [Hutchinson, 1976] HUTCHINSON, J. W. (1976). Bounds and self-consistent estimates for creep of polycrystalline materials. *Proceedings of the Royal Society of London Series a-Mathematical and Physical Sciences*, 348:101–127.
- [Inoue *et al.*, 2007] INOUE, M., KAITO, T. et OHTSUKA, S. (2007). Research and development of ODS ferritic steels for sodium cooled fast breeder reactor fuels. In *NATO advanced study institute, Materials for Generation IV nuclear reactors*. 24 septembre - 6 octobre 2007, Cargèse, Corse, France.
- [Irmann, 1949] IRMANN, R. (1949). *Technische Rundschau (Bern)*, 41:91–95.
- [Kane et Ebert, 1976] KANE, R. et EBERT, L. (1976). Creep deformation of TD-nickel chromium. *Metallurgical and Materials Transactions A*, 7:133–137.
- [Kang *et al.*, 1996] KANG, C. Y., FUJIWARA, M., BAE, D. S. et MIYAHARA, K. (1996). Effect of three kinds of oxide on the strength properties of mechanically alloyed 17% Cr ferritic ODS materials. *ISIJ International*, 36:1518–1519.

- [Kang *et al.*, 2006] KANG, J., WILKINSON, D. S., JAIN, M., EMBURY, J. D., BEAUDOIN, A. J., KIM, S., MISHIRA, R. et SACHDEV, A. K. (2006). *Acta Materialia*, 54:209–218.
- [Kasada *et al.*, 2011] KASADA, R., LEE, S., ISSELIN, J., LEE, J., OMURA, T., KIMURA, A., OKUDA, T., INOUE, M., UKAI, S., OHNUKI, S., FUJISAWA, T. et ABE, F. (2011). Anisotropy in tensile and ductile-brittle transition behavior of ODS ferritic steels. *Journal of Nuclear Materials*, 417:180–184.
- [Kasada *et al.*, 2005] KASADA, R., TODA, N., CHO, H. et KIMURA, A. (2005). Tensile deformation behavior of oxide-dispersion strengthened ferritic steels. *International Congress on Advanced Nuclear Power Plants (ICAPP), Seoul, South Korea, May 15-19, 2005*, 1:5328–5332.
- [Kasada *et al.*, 2007] KASADA, R., TODA, N., YUTANI, K., CHO, H. S., KISHIMOTO, H. et KIMURA, A. (2007). Pre- and post-deformation microstructures of oxide dispersion strengthened ferritic steels. *Journal of Nuclear Materials*, 367:222–228.
- [Kim *et al.*, 2006] KIM, H. Y., KWON, O. Y., JANG, J. et HONG, S. H. (2006). Modification of anisotropic mechanical properties in recrystallized oxide dispersion strengthened ferritic alloy. *Scripta Materialia*, 54(9):1703–1707.
- [Kim *et al.*, 2003] KIM, I., CHOI, B., KANG, C., OKUDA, T., MAZIASZ, P. J. et MIYAHARA, K. (2003). Effect of Ti and W on the mechanical properties and microstructure of 12% Cr base mechanical-alloyed nano-sized ODS ferritic alloys. *ISIJ International*, 10:1640–1646.
- [Kim *et al.*, 2000] KIM, I. S., HUNN, J. D., HASHIMOTO, N., LARSON, D. L., MAZIASZ, P. J., MIYAHARA, K. et LEE, E. H. (2000). Defect and void evolution in oxide dispersion strengthened ferritic steels under 3.2 MeV Fe<sup>+</sup> ion irradiation with simultaneous helium injection. *Journal of Nuclear Materials*, 280(3):264–274.
- [Kim *et al.*, 2010] KIM, J. H., BYUN, T. S. et HOELZER, D. (2010). Tensile fracture characteristics of nanostructured ferritic alloy 14YWT. *Journal of Nuclear Materials*, 407(3):143–150.
- [Kim *et al.*, 2012a] KIM, J. H., BYUN, T. S. et HOELZER, D. (2012a). Stress relaxation behavior of nanocluster-strengthened ferritic alloy at high temperatures. *Journal of Nuclear Materials*, pages 147–155.
- [Kim *et al.*, 2012b] KIM, J. H., BYUN, T. S., HOELZER, D. T., KIM, S. W. et LEE, B. H. (2012b). Temperature dependence of strengthening mechanisms in the nanostructured ferritic alloy 14YWT : Part i - mechanical and microstructural observations. *Materials Science And Engineering A*.
- [Kim *et al.*, 2012c] KIM, J. H., BYUN, T. S., HOELZER, D. T., PARK, C. H., YEOM, J. T. et HONG, J. K. (2012c). Temperature dependence of strengthening mechanisms in the nanostructured ferritic alloy 14YWT : Part II - Mechanistic models and predictions. *Materials Science and Engineering : A*.
- [Kimura *et al.*, 2007] KIMURA, A., CHO, H. S., TODA, N., KASADA, R., YUTANI, K., KISHIMOTO, H., IWATA, N., UKAI, S. et FUJIWARA, M. (2007). High burnup fuel cladding materials R&D for advanced nuclear systems - nano-sized oxide dispersion strengthening steels. *Journal of Nuclear Science and Technology*, 44(3):323–328.
- [Kinoshita *et al.*, 1991] KINOSHITA, H., AKASAKA, N., TAKAHASHI, H., ITOH, M. et ONOSE, S. (1991). Development of damage structure in oxide dispersion strengthened steels. *Journal of Nuclear Materials*, 179-181:722–724.

- [Klimiankou *et al.*, 2003] KLIMIANKOU, M., LINDAU, R. et MOSLANG, A. (2003). HRTEM study of yttrium oxide particles in ODS steels for fusion reactor application. *Journal of Crystal Growth*, 249(1-2):381–387.
- [Klimiankou *et al.*, 2004] KLIMIANKOU, M., LINDAU, R. et MOSLANG, A. (2004). TEM characterization of structure and composition of nanosized ODS particles in reduced activation ferritic-martensitic steels. *Journal of Nuclear Materials*, 329:347–351.
- [Klimiankou *et al.*, 2007] KLIMIANKOU, M., LINDAU, R. et MOSLANG, A. (2007). Direct correlation between morphology of  $(\text{Fe,Cr})_{23}\text{C}_6$  precipitates and impact behavior of ODS steels. *Journal of Nuclear Materials*, 367:173–178.
- [Klueh *et al.*, 2005a] KLUEH, R. L., HASHIMOTO, N. et MAZIASZ, P. J. (2005a). Development of new nano-particle-strengthened martensitic steels. *Scripta Materialia*, 53(3):275–280.
- [Klueh et Maziasz, 1989] KLUEH, R. L. et MAZIASZ, P. J. (1989). The microstructure of chromium-tungsten steels. *Metallurgical Transactions of the ASM*, 20:373–382.
- [Klueh *et al.*, 2005b] KLUEH, R. L., SHINGLEDECKER, J. P., SWINDEMAN, R. W. et HOELZER, D. T. (2005b). Oxide dispersion-strengthened steels : a comparison of some commercial and experimental alloys. *Journal of Nuclear Materials*, 341(2-3):103–114.
- [Kocks et Mecking, 2003] KOCKS, U. et MECKING, H. (2003). Physics and phenomenology of strain hardening : the FCC case. *Progress in Materials Science*, 48(3):171–273.
- [Kocks, 1977] KOCKS, U. F. (1977). Theory of an obstacle-controlled yield strength - report after an international workshop. *Materials Science and Engineering*, 27(3):291–298.
- [Kröner, 1961] KRÖNER, E. (1961). Plastischen verformung des vielkristalls. *Acta Metallurgica*, 9:155–161.
- [Kruml, 2009] KRUML, T. (2009). Communication privée.
- [Kuběna *et al.*, 2012] KUBĚNA, I., FOURNIER, B. et KRUML, T. (2012). Effect of microstructure on low cycle fatigue properties of ODS steels. *Journal of Nuclear Materials*, 424(1-3):101–108.
- [Kuběna *et al.*, 2011] KUBĚNA, I., KRUML, T. et POLÁK, J. (2011). Fatigue behaviour and surface relief in ODS steels. *Procedia Engineering*, 10:1685–1690.
- [Kucharova *et al.*, 2003] KUCHAROVA, K., ZHU, S. et CADEK, J. (2003). Creep in copper dispersion strengthened with alumina particles (ODS copper). *Materials Science and Engineering : A*, 348(1-2):170–179.
- [Kudashov *et al.*, 2004] KUDASHOV, D. V., MARTIN, U., HEILMAIER, M. et OETTEL, H. (2004). Creep behaviour of ultrafine-grained oxide dispersion strengthened copper prepared by cryo-milling. *Materials Science and Engineering a-Structural Materials Properties Microstructure and Processing*, 387:639–642.
- [Lambard, 1998] LAMBARD, V. (1998). *Développement d'une nouvelle nuance martensitique ODS pour utilisation sous rayonnement à haute température*. Thèse de doctorat, Université de Paris Sud Orsay.
- [Larson *et al.*, 2001] LARSON, D. J., MAZIASZ, P. J., KIM, I. S. et MIYAHARA, K. (2001). Three-dimensional atom probe observation of nanoscale titanium-oxygen clustering in an oxide-dispersion-strengthened Fe-12Cr-3W-0.4Ti+Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> ferritic alloy. *Scripta Materialia*, 44(2):359–364.

- [Lebensohn et Tomé, 1993] LEBENSOHN, R. A. et TOMÉ, C. N. (1993). A self-consistent anisotropic approach for the simulation of plastic-deformation and texture development of polycrystals - Application to zirconium alloys. *Acta Metallurgica Et Materialia*, 41(9):2611–2624.
- [Leblond *et al.*, 2008] LEBLOND, T., OLIER, P. et NUNES, D. (2008). Comparison of properties of extruded steels reinforces or not by Y-Ti-O nano-particles. Padova, Italy.
- [Lee *et al.*, 2007] LEE, J., JANG, C., KIM, I. et KIMURA, A. (2007). Embrittlement and hardening during thermal aging of high Cr oxide dispersion strengthened alloys. *Journal of Nuclear Materials*, 367-370, Part A(0):229–233.
- [Lemaître et Chaboche, 1988] LEMAÎTRE, J. et CHABOCHE, J. (1988). *Mécanique des Matériaux Solides*. Dunod, deuxième édition.
- [Lescoat *et al.*, 2012] LESCOAT, M.-L., RIBIS, J., GENTILS, A., KAÏTASOV, O., de CARLAN, Y. et LEGRIS, A. (2012). In situ TEM study of the stability of nano-oxides in ODS steels under ion-irradiation. *Journal of Nuclear Materials*.
- [Li, 2003] LI, Q. (2003). Modeling the microstructure-mechanical property relationship for a 12Cr-2W-V-Mo-Ni power plant steel. *Material Science and Engineering A*, 361:385–390.
- [Lindau *et al.*, 2005] LINDAU, R., MOSLANG, A., RIETH, M., KLIMIANKOU, M., MATERNAMORRIS, E., ALAMO, A., TAVASSOLI, A. A. F., CAYRON, C., LANCH, A. M., FERNANDEZ, P., BALUC, N., SCHAUBLIN, R., DIEGELE, E., FILACCHIONI, G., RENSMAN, J. W., van der SCHAAF, B., LUCON, E. et DIETZ, W. (2005). Present development status of EUROFER and ODS-EUROFER for application in blanket concepts. *Fusion Engineering and Design*, 75-9:989–996.
- [Lloyd, 1994] LLOYD, D. (1994). Particle-reinforced aluminium and magnesium matrix composites. *International Materials Reviews*, 39:1–23.
- [Lozano-Perez *et al.*, 2009] LOZANO-PEREZ, S., de CASTRO BERNAL, V. et NICHOLLS, R. (2009). Achieving sub-nanometre particle mapping with energy-filtered TEM. *Ultramicroscopy*, 109(10):1217–1228.
- [Lucon, 2002] LUCON, E. (2002). Mechanical tests on two batches of oxide dispersion strengthened RAFM steel (EUROFER97). *Fusion Engineering and Design*, 61-62:683–689.
- [Lund et Nix, 1976] LUND, R. et NIX, W. (1976). High temperature creep of Ni-20Cr-2ThO<sub>2</sub> single crystals. *Acta Metallurgica*, 24(5):469–481.
- [Luton, 1986] LUTON, M. J. (1986). Strain anisotropy during superplastic flow of an iron base oxide dispersion strengthened alloy. In *Proceedings of the 7th International Conference on the Strength of Metals and Alloys*. Montréal, Canada, 12-16 août 1985.
- [Malaplate et Fournier, 2010] MALAPLATE, J. et FOURNIER, B. (2010). Caractérisations microstructurales et mécaniques des ODS CEA. 3<sup>ème</sup> rapport d’avancement. Rapport technique DMN/SRMA/LC2M&LA2M/NT/2010-3173/A, CEA Saclay.
- [Malaplate *et al.*, 2011] MALAPLATE, J., MOMPIOU, F., BÉCHADE, J.-L., VAN DEN BERGHE, T. et RATTI, M. (2011). Creep behavior of ODS materials : a study of dislocations/precipitates interactions. *Journal of Nuclear Materials*, 417(1-3):205–208.

- [Marquis, 2008] MARQUIS, E. (2008). Core / shell structure of oxygen-rich nanofeatures in oxide-dispersion strengthened Fe-Cr alloys. *Applied Physics Letters*, 93:181904.
- [Martin, 1980] MARTIN, J. (1980). Micromechanisms in particle-hardened alloys. In KAHN, R., THOMPSON, M. et WARD, I., éditeurs : *Cambridge Solid State Science Series*. Cambridge University Press.
- [Masson et Zaoui, 1999] MASSON, R. et ZAOUI, A. (1999). Self-consistent estimates for the rate-dependent elastoplastic behaviour of polycrystalline materials. *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*, 47(7):1543–1568.
- [Mathon *et al.*, 2004] MATHON, M., de CARLAN, Y., AVERTY, X., ALAMO, A. et de NOVION, C. (2004). Small angle neutron scattering study of irradiated martensitic steels : relation between microstructural evolution and hardening. *Effects of radiation on materials : 22nd International symposium, ASTM STP*.
- [Merceron, 2000] MERCERON, G. (2000). *Comportement mécanique et oxydation d'alliages Fe-CrAl à haute température*. Thèse de doctorat, Ecole des Mines de Paris.
- [Miller *et al.*, 2005] MILLER, M. K., HOELZER, D. T., KENIK, E. A. et RUSSELL, K. F. (2005). Stability of ferritic MA/ODS alloys at high temperatures. *Intermetallics*, 13(3-4):387–392.
- [Miller *et al.*, 2003] MILLER, M. K., KENIK, E. A., RUSSELL, K. F., HEATHERLY, L., HOELZER, D. T. et MAZIASZ, P. J. (2003). Atom probe tomography of nanoscale particles in ODS ferritic alloys. *Materials Science and Engineering a-Structural Materials Properties Microstructure and Processing*, 353(1-2):140–145.
- [Miller *et al.*, 2006] MILLER, M. K., RUSSELL, K. F. et HOELZER, D. T. (2006). Characterization of precipitates in MA/ODS ferritic alloys. *Journal of Nuclear Materials*, 351(1-3):261–268.
- [Molinari *et al.*, 1987] MOLINARI, A., CANOVA, G. et AHZI, S. (1987). Self-consistent approach of the large deformation of polycrystalline materials. *Acta Metallurgica*, 35:2983–2994.
- [Monkman et Grant, 1956] MONKMAN, F. et GRANT, N. (1956). An empirical relationship between rupture life and minimum creep rate in creep-rupture tests. *Proceedings of the ASTM*, pages 593–620.
- [Monnet *et al.*, 2004] MONNET, I., DUBUISSON, P., SERRUYS, Y., RUAULT, M., KAITASOV, O. et JOUFFREY, B. (2004). Microstructural investigation of the stability under irradiation of oxide dispersion strengthened ferritic steels. *Journal of Nuclear Materials*, 335(3):311–321.
- [Monnet *et al.*, 2012] MONNET, I., Van den BERGHE, T. et DUBUISSON, P. (2012). Comparison between different oxide dispersion strengthened ferritic steels ongoing in-situ oxide dissolution in High Voltage Electron Microscope. *Journal of Nuclear Materials*, 424:204–209.
- [Moshksar et Marzan Rad, 1998] MOSHKSAR, M. M. et MARZAN RAD, E. (1998). Effect of temperature and strain rate on the superplastic behaviour of high-carbon steel. *Journal of Material Processing and Technology*, 83:115–120.
- [Mughrabi, 1983] MUGHRABI, H. (1983). Dislocation wall and cell structures and long-range internal stresses in deformed metal crystals. *Acta Metallurgica*, 31(9):1367–1379.
- [Nakashima, 1995] NAKASHIMA, H. (1995). *Zairyou to Purosesu*, page 1366.

- [Nardone *et al.*, 1984] NARDONE, V. C., MATEJCZYK, D. E. et TIEN, J. K. (1984). The threshold stress and departure side pinning of dislocations by dispersoids. *Acta Metallurgica*, 32(9):1509–1517.
- [Narita *et al.*, 2011] NARITA, T., UKAI, S., OHTSUKA, S. et INOUE, M. (2011). Effect of tungsten addition on microstructure and high temperature strength of 9Cr ODS ferritic steel. *Journal of Nuclear Materials*, 417(1-3):158–161.
- [NF EN ISO 6892-1, 2009] NF EN ISO 6892-1 (2009). Matériaux métalliques. Essais de traction. Rapport technique, AFNOR.
- [Ohnuma *et al.*, 2009] OHNUMA, M., SUZUKI, J., OHTSUKA, S., KIM, S. W., KAITO, T., INOUE, M. et KITAZAWA, H. (2009). A new method for the quantitative analysis of the scale and composition of nanosized oxide in 9Cr-ODS steel. *Acta Materialia*, 57(18):5571–5581.
- [Ohtsuka *et al.*, 2005] OHTSUKA, S., UKAI, S., FUJIWARA, A., KAITO, T. et NARITA, T. (2005). Nano-structure control in ODS martensitic steels by means of selecting titanium and oxygen contents. *Journal of Physics and Chemistry of Solids*, 66(2-4):571–575.
- [Ohtsuka *et al.*, 2004] OHTSUKA, S., UKAI, S., FUJIWARA, M., KAITO, T. et NARITA, T. (2004). Improvement of 9Cr-ODS martensitic steel properties by controlling excess oxygen and titanium contents. *Journal of Nuclear Materials*, 329:372–376.
- [Okada *et al.*, 1996] OKADA, H., UKAI, S. et INOUE, M. (1996). Effects of grain morphology and texture on high temperature deformation in oxide dispersion strengthened ferritic steels. *Journal of Nuclear Science and Technology*, 33(12):936–943.
- [Oksiuta et Baluc, 2009] OKSIUTA, K. et BALUC, N. (2009). Effect of mechanical alloying atmosphere on the microstructure and charpy impact properties of an ODS ferritic steel. *Journal of Nuclear Materials*, 386-388(0):426–429.
- [Oksiuta *et al.*, 2011] OKSIUTA, Z., LEWANDOWSKA, M., KURZYDŁOWSKI, K. et BALUC, N. (2011). Influence of hot rolling and high speed hydrostatic extrusion on the microstructure and mechanical properties of an ODS RAF steel. *Journal of Nuclear Materials*, 409(2):86–93.
- [Okuda et Fujiwara, 1995] OKUDA, T. et FUJIWARA, M. (1995). Dispersion behavior of oxide particles in mechanically alloyed ODS steel. *Journal of Materials Science Letters*, 14(22):1600–1603.
- [Olier *et al.*, 2009] OLIER, P., BOUGAULT, A., ALAMO, A. et de CARLAN, Y. (2009). Effects of the forming processes and  $Y_2O_3$  content on ODS-Eurofer mechanical properties. *Journal of Nuclear Materials*, 386-388(0):561–563.
- [Olier *et al.*, 2011] OLIER, P., MALAPLATE, J., MATHON, M., NUNES, D., HAMON, D., TOUALBI, L., de CARLAN, Y. et CHAFFRON, L. (2011). Chemical and microstructural evolution on ODS Fe-14CrWTi steel during manufacturing stages. *Journal of Nuclear Materials*.
- [Olier *et al.*, 2010] OLIER, P., MALAPLATE, J., MATHON, M. H., OKSIUTA, K., HAMON, D., BALUC, N. et de CARLAN, Y. (2010). Structural and chemical characterizations of ODS ferritic steels produced by mechanical alloying and extrusion. In *Proceedings of the Powder Metallurgy world congress, PM2010, Florence, Italy*.
- [Orowan, 1948] OROWAN, E. (1948). Discussion III. In *Symposium on internal stress in metals and alloys*, page 451, London. The institute of metals.

- [Osipov *et al.*, 2008] OSIPOV, N., GOURGUES-LORENZON, A.-F., MARINI, B., MOUNOURY, V., NGUYEN, F. et CAILLETAUD, G. (2008). Fe modelling of bainitic steels using crystal plasticity. *Philosophical Magazine*, 88(30-32):3757–3777.
- [Park *et al.*, 2006] PARK, C. J., AHN, M. K. et KWON, H. S. (2006). Influences of Mo substitution by W on the precipitation kinetics of secondary phases and the associated localized corrosion and embrittlement in 29% Cr ferritic stainless steel. *Materials Science and Engineering A*, 418:211–217.
- [Petkovic-Luton et Luton, 1986] PETKOVIC-LUTON, R. et LUTON, M. J. (1986). Mechanisms of creep in oxide dispersion strength alloys. In *Proceedings of the 7th International Conference on the Strength of Metals and Alloys*. Montréal, Canada, 12-16 août 1985.
- [Pilvin, 1990] PILVIN, P. (1990). *Approches multi-échelles pour la prévision du comportement inélastique des métaux*. Thèse de doctorat, Université Pierre et Marie Curie, Paris VI.
- [Pilvin, 1994] PILVIN, P. (1994). The contribution of micromechanical approaches to the modelling of inelastic behaviour. In PINEAU, A., CAILLETAUD, G. et LINDLEY, T., éditeurs : *4<sup>th</sup> International Conference on Biaxial/multiaxial Fatigue, Saint-Germain, France*, volume 1, 31-46.
- [Ponte Castañeda, 1996] PONTE CASTAÑEDA, P. (1996). Second-order estimates for the effective mechanical properties of nonlinear composite materials. *Journal of Mechanics and Physics of Solids*, 44:827–862.
- [Praud, 2009] PRAUD, M. (2009). Micro-plasticité des aciers renforcés par dispersion d’oxydes. Mémoire de Master, Toulouse INP.
- [Praud, 2011] PRAUD, M. (2011). Rapport d’avancement de première année de thèse - Plasticité des aciers ODS : microstructure et propriétés mécaniques. Rapport technique DEN/DANS/DMN/SRMA/LA2M /NT/2011-3190/A, CEA Saclay.
- [Praud, 2012] PRAUD, M. (2012). Communication privée.
- [Praud *et al.*, 2011] PRAUD, M., MOMPIOU, F., MALAPLATE, J., CAILLARD, D., GARNIER, J., STECKMEYER, A. et FOURNIER, B. (2011). Study of the deformation mechanisms in a Fe-14% Cr ODS alloy. *Journal of Nuclear Materials*.
- [Preston et Grant, 1961] PRESTON, O. et GRANT, J. (1961). Dispersion strengthening of copper by internal oxidation. *Transactions of the metallurgical society of the AIME*, 221:164–173.
- [Provendier-Aubourg, 1994] PROVENDIER-AUBOURG, V. (1994). *Bases physiques d’un modèle de comportement viscoplastique pour un superalliage base nickel*. Thèse de doctorat, École Nationale Supérieure des Mines de Paris.
- [Quek *et al.*, 2011] QUEK, S. S., XIANG, Y. et SROLOVITZ, D. J. (2011). Loss of interface coherency around a misfitting spherical inclusion. *Acta Materialia*, 59(14):5398–5410.
- [Queyreau *et al.*, 2010] QUEYREAU, S., MONNET, G. et DEVINCRE, B. (2010). Orowan strengthening and forest hardening superposition examined by dislocation dynamics simulations. *Acta Materialia*, 58(17):5586–5595.
- [Raj et Ashby, 1971] RAJ, R. et ASHBY, M. F. (1971). Grain boundary sliding and diffusional creep. *Metallurgical Transactions*, 2(4):1113–1127.



- [Ramar *et al.*, 2009] RAMAR, A., BALUC, N. et SCHÄUBLIN, R. (2009). On the lattice coherency of oxide particles dispersed in EUROFER97. *Journal of Nuclear Materials*, 386-388(0):515–519.
- [Ratti, 2009] RATTI, M. (2009). *Développement de nouvelles nuances d'aciers ferritiques / martensitiques pour le gainage d'élément combustible des Réacteurs à Neutrons Rapides au sodium*. Thèse de doctorat, Grenoble INP.
- [Rauch, 1993] RAUCH, E. F. (1993). Étude de l'écroûissage des métaux. Aspects microstructuraux et lois de comportement. Mémoire d'habilitation à diriger des recherches. Institut National Polytechnique de Grenoble.
- [Ray et Sharma, 1968] RAY, S. P. et SHARMA, B. D. (1968). Diffusion of Fe<sup>59</sup> in Fe-Cr alloys. *Acta Metallurgica*, 16(8):981–986.
- [Réglé et Alamo, 1993] RÉGLÉ, H. et ALAMO, A. (1993). Secondary recrystallization of oxide dispersion-strengthened ferritic alloys. *Journal de Physique IV*, 3(C7):727–730.
- [Reppich, 1992] REPPICH, B. (1992). Particle strengthening. In MUGHRABI, H., éditeur : *Plastic deformation and fracture of materials*, volume 6 de *Materials Science and Technology*. VCH, R. W. Cahn *et al.* édition.
- [Reppich, 1998] REPPICH, B. (1998). On the attractive particle-dislocation interaction in dispersion-strengthened material. *Acta Materialia*, 46(1):61–67.
- [Réglé, 1994] RÉGLÉ, H. (1994). *Alliages ferritiques 14/20% de chrome renforcés par dispersion d'oxydes. Effets des procédés de mise en forme sur les textures de déformation, la recristallisation et les propriétés de traction*. Thèse de doctorat, Université de Paris SUD Orsay.
- [Ribis et de Carlan, 2012] RIBIS, J. et de CARLAN, Y. (2012). Interfacial strained structure and orientation relationships of the nanosized oxide particles deduced from elasticity-driven morphology in oxide dispersion strengthened materials. *Acta Materialia*, 60(1):238–252.
- [Ribis et Lozano-Perez, 2012] RIBIS, J. et LOZANO-PEREZ, S. (2012). Orientation relationships and interface structure of  $\alpha'$ -Cr nanoclusters embedded in  $\alpha$ -Fe matrix after  $\alpha$ - $\alpha'$  demixing in neutron irradiated oxide dispersion strengthened material. *Materials letters*, 74:143–146.
- [Robertson et Gururaj, 2011] ROBERTSON, C. et GURURAJ, K. (2011). Plastic deformation of ferritic grains in presence of ODS particles and irradiation-induced defect clusters : a 3d dislocation dynamics simulation study. *Journal of Nuclear Materials*, page 10.1016/.jnucmat.2011.05.049.
- [Rosenber et Piehler, 1971] ROSENBER, J. M. et PIEHLER, H. R. (1971). Calculation of Taylor factor and lattice rotations for BCC metals deforming by pencil glide. *Metallurgical transactions*, 2(1):257–259.
- [Rösler et Arzt, 1988] RÖSLER, J. et ARZT, E. (1988). The kinetics of dislocation climb over hard particles. 1. Climb without attractive particle-dislocation interaction. *Acta Metallurgica*, 36(4):1043–1051.
- [Rösler et Arzt, 1990] RÖSLER, J. et ARZT, E. (1990). A new model-based creep equation for dispersion strengthened materials. *Acta Metallurgica Et Materialia*, 38(4):671–683.
- [Rösler *et al.*, 1992] RÖSLER, J., JOOS, R. et ARZT, E. (1992). Microstructure and creep properties of dispersion strengthened aluminium alloys. *Metallurgical Transactions a-Physical Metallurgy and Materials Science*, 23(5):1521–1539.

- [Rouffié *et al.*, 2012] ROUFFIÉ, A., WIDENT, P., ZIOLEK, L., DELABROUILLE, F., TANGUY, B., CRÉPIN, J., PINEAU, A., GARAT, V. et FOURNIER, B. (2012). Influences of process parameters and microstructure on the fracture mechanisms of ODS steels. *Journal of Nuclear Materials*.
- [Rousselier *et al.*, 2009] ROUSSELIER, G., BARLAT, F. et YOON, J. (2009). A novel approach for anisotropic hardening modeling. Part I : Theory and its application to finite element analysis of deep drawing. *International Journal of Plasticity*, 25(12):2383–2409.
- [Rupin, 2007] RUPIN, N. (2007). *Déformation à chaud des métaux biphasés : modélisations théoriques et confrontations expérimentales*. Thèse de doctorat, École Polytechnique.
- [Sabirot *et al.*, 2009] SABIROV, I., BARNETT, M. R., ESTRIN, Y. et HODGSON, P. D. (2009). The effect of strain rate on the deformation mechanisms and the strain rate sensitivity of an ultra-fine-grained Al alloy. *Scripta Materialia*, 61:181–184.
- [Sachs, 1928] SACHS, V. (1928). Zur ableitung einer fließbedingung. *Zeitschrift des Vereines Deutscher Ingenieure*, 72:734–736.
- [Sai *et al.*, 2006] SAI, K., CAILLETAUD, G. et FOREST, S. (2006). Micro-mechanical modeling of the inelastic behavior of directionally solidified materials. *Mechanics of Materials*, 38:203–217.
- [Sakasegawa *et al.*, 2009] SAKASEGAWA, H., CHAFFRON, L., LEGENDRE, F., BOULANGER, L., COZZIKA, T., BROCCQ, M. et de CARLAN, Y. (2009). Correlation between chemical composition and size of very small oxide particles in the MA957 ODS ferritic alloy. *Journal of Nuclear Materials*, 384(2):115–118.
- [Sakasegawa *et al.*, 2006] SAKASEGAWA, H., OHTSUKA, S., UKAI, S., TANIGAWA, H., FUJIWARA, M., OGIWARA, H. et KOHYAMA, A. (2006). Microstructural evolution during creep of 9Cr-ODS steels. *Fusion Engineering and Design*, 81(8-14):1013–1018.
- [Sakasegawa *et al.*, 2007] SAKASEGAWA, H., OHTSUKA, S., UKAI, S., TANIGAWA, H., FUJIWARA, M., OGIWARA, H. et KOHYAMA, A. (2007). Particle size effects in mechanically alloyed 9Cr ODS steel powder. *Journal of Nuclear Materials*, 367:185–190.
- [Sakasegawa *et al.*, 2008] SAKASEGAWA, H., UKAI, S., TAMURA, M., OHTSUKA, S., TANIGAWA, H., OGIWARA, H., KOHYAMA, A. et FUJIWARA, M. (2008). Creep constitutive equation of dual phase 9Cr-ODS steel. *Journal of Nuclear Materials*, 373(1-3):82–89.
- [Salomon, 1993] SALOMON, R. J. (1993). INCOLOY ALLOY MA956 - strain rate and temperature effects on the microstructure and ductility. *Journal de Physique IV*, 03.
- [Salston et Odette, 2008] SALSTON, M. et ODETTE, G. (2008). On the static and creep strength of MA957 from RT to 1000°C. Rapport technique DOE-ER-0313/44, DOE Office of Fusion Energy Sciences.
- [Sauzay, 2008] SAUZAY, M. (2008). Analytical modelling of intragranular backstresses due to deformation induced dislocation microstructures. *International Journal of Plasticity*, 24(5): 727–745.
- [Schade, 2010] SCHADE, P. (2010). 100 years of doped tungsten wire. *International Journal of Refractory Metals and Hard Materials*, 28(6):648–660.
- [Schneibel *et al.*, 2011] SCHNEIBEL, J., HEILMAIER, M., BLUM, W., HASEMANN, G. et SHANMUGASUNDARAM, T. (2011). Temperature dependence of the strength of fine- and ultrafine-grained materials. *Acta Materialia*, 59(3):1300–1308.

- [Schneibel *et al.*, 2009] SCHNEIBEL, J., LIU, C., MILLER, M., MILLS, M., SAROSI, P., HEILMAIER, M. et STURM, D. (2009). Ultrafine-grained nanocluster-strengthened alloys with unusually high creep strength. *Scripta Materialia*, 61(8):793–796.
- [Schroder et Arzt, 1985] SCHRODER, J. et ARZT, E. (1985). Weak beam studies of dislocation/dispersoid interaction in an ODS superalloy. *Scripta Metallurgica*, 19(9):1129–1134.
- [Serrano *et al.*, 2011] SERRANO, M., HERNÁNDEZ-MAYORAL, M. et GARCIA-JUNCEDA, A. (2011). Microstructural anisotropy effect on the mechanical properties of a 14Cr ODS steel. *Journal of Nuclear Materials*.
- [Shewfelt et Brown, 1977] SHEWFELT, R. S. W. et BROWN, L. M. (1977). High-temperature strength of dispersion-hardened single crystals. II. Theory. *Philosophical Magazine*, 35(4):945–962.
- [Shinozuka *et al.*, 2009a] SHINOZUKA, K., TAMURA, M., ESAKA, H., SHIBA, K. et NAKAMURA, K. (2009a). Creep behavior of oxide dispersion strengthened 8Cr-2WVTa and 8Cr-1W steels. *Journal of Nuclear Materials*, 384(1):1–5.
- [Shinozuka *et al.*, 2009b] SHINOZUKA, K., TAMURA, M., ESAKA, H., SHIBA, K. et NAKAMURA, K. (2009b). Creep behavior of oxide dispersion strengthened 8Cr-2WVTa and 8Cr-1W steels. *Journal of Nuclear Materials*, 384(1):1–5.
- [Singh, 1999] SINGH, C. D. (1999). *Textures in Materials research*, chapitre 4.2, Texture and plastic anisotropy in sheet steels, pages 183–194. Science Publishers.
- [Singh *et al.*, 2011] SINGH, R., SCHNEIBEL, J., DIVINSKI, S. et WILDE, G. (2011). Grain boundary diffusion of Fe in ultrafine-grained nanocluster-strengthened ferritic steel. *Acta Materialia*, 59(4):1346–1353.
- [Sokolov *et al.*, 2007] SOKOLOV, M. A., HOELZER, D. T., STOLLER, R. E. et MCCLINTOCK, D. A. (2007). Fracture toughness and tensile properties of nano-structured ferritic steel 12YWT. *Journal of Nuclear Materials*, 367:213–216.
- [Sornin, 2010] SORNIN, D. (2010). Simulation numérique du filage à chaud des nuances ODS issues de la métallurgie des poudres. Rapport technique DEN/DANS/DMN/SRMA/LTMEEx/NT/2010-3172/A, CEA Saclay.
- [Sornin, 2011] SORNIN, D. (2011). Modélisation du filage à chaud. Essais mécaniques et métallurgiques sur essais de filage interrompus. Rapport technique DEN/DANS/DMN/SRMA/LTMEEx/NT/2011-3247/A, CEA Saclay.
- [Sornin et Couvrat, 2010] SORNIN, D. et COUV RAT, M. (2010). Numerical simulation of hot extrusion consolidation of PM ferritic ODS stainless steel. In *Proceedings of the Powder Metallurgy world congress, PM2010, Florence, Italy*.
- [Soula *et al.*, 2010] SOULA, A., LOCQ, D., BOIVIN, D., RENOLLET, Y., CARON, P. et BRÉCHET, Y. (2010). Quantitative evaluation of high temperature deformation mechanisms : a specific microgrid extensometry technique coupled with EBSD analysis. *Journal of Materials Science*, 45(20):5649–5659.
- [Soula *et al.*, 2009] SOULA, A., RENOLLET, Y., BOIVIN, D., POUCHOU, J.-L., LOCQ, D., CARON, P. et BRÉCHET, Y. (2009). Analysis of high-temperature creep deformation in a polycrystalline nickel-base superalloy. *Materials Science and Engineering : A*, 510-511(0):301–306.

- [Spigarelli, 2002] SPIGARELLI, S. (2002). Interpretation of creep behaviour of dispersion-strengthened Al-Fe-V-Si alloys in terms of detachment mechanisms : an overview. *Materials Science and Engineering : A*, 337(1-2):306–314.
- [Sporer et Korb, 1992] SPORER, D. et KORB, G. (1992). PM2000 an iron-base oxide dispersion strengthened sheet material for high temperature service in corrosive environments. *Metal Powder Report*, 47(2):62.
- [Srolovitz *et al.*, 1982] SROLOVITZ, D., PETKOVIC-LUTON, R. et LUTON, M. J. (1982). On dislocation-incoherent particle interactions at high-temperatures. *Scripta Metallurgica*, 16(12):1401–1406.
- [Srolovitz *et al.*, 1984] SROLOVITZ, D. J., LUTON, M. J., PETKOVIC-LUTON, R., BARNETT, D. M. et NIX, W. D. (1984). Diffusionally modified dislocation particle elastic interactions. *Acta Metallurgica*, 32(7):1079–1088.
- [Srolovitz *et al.*, 1983] SROLOVITZ, D. J., PETKOVIC-LUTON, R. A. et LUTON, M. J. (1983). Diffusional relaxation of the dislocation-inclusion repulsion. *Philosophical Magazine a-Physics of Condensed Matter Structure Defects and Mechanical Properties*, 48(5):795–809.
- [Steckmeyer *et al.*, 2010] STECKMEYER, A., PRAUD, M., FOURNIER, B., MALAPLATE, J., GARNIER, J., BÉCHADE, J., TOURNIÉ, I., TANCRAI, A., BOUGAULT, A. et BONNAILLIE, P. (2010). Tensile properties and deformation mechanisms of a 14Cr ODS ferritic steel. *Journal of Nuclear Materials*, 405:95–100.
- [Steckmeyer *et al.*, 2012] STECKMEYER, A., VARGAS HIDEROA, R., GENTZBITTEL, J., RABEAU, V. et FOURNIER, B. (2012). Tensile anisotropy and creep properties of a Fe-14CrWTi ODS ferritic steel. *Journal of Nuclear Materials*, 426:182–188.
- [Sugino *et al.*, 2011] SUGINO, Y., UKAI, S., LENG, B., TANG, Q., HAYASHI, S., KAITO, T. et OHTSUKA, S. (2011). Grain boundary deformation at high temperature tensile tests in ODS ferritic steel. *ISIJ International*, 51:982–986.
- [Sun *et al.*, 2012] SUN, Q., ZHANG, T., WANG, X., FANG, Q., HAO, T. et LIU, C. (2012). Microstructure and mechanical properties of oxide dispersion strengthened ferritic steel prepared by a novel route. *Journal of Nuclear Materials*, 424(0):279–284.
- [Takaki *et al.*, 2001] TAKAKI, S., KAWASAKI, K. et KIMURA, Y. (2001). Mechanical properties of ultra fine grained steels. *Journal of Materials Processing Technology*, 117(3):359–363.
- [Tanaka et Mura, 1981] TANAKA, K. et MURA, T. (1981). A dislocation model for fatigue crack initiation. *Journal of Applied Mechanics*, 48(1):97–103.
- [Taupin *et al.*, 2012] TAUPIN, V., BERBENNI, S. et FRESSENGEAS, C. (2012). Size effects on the hardening of channel-type microstructures : a field dislocation mechanics-based approach. *Acta Materialia*, 60(2):664–673.
- [Taylor, 1934] TAYLOR, G. I. (1934). The mechanism of plastic deformation of crystals. Part I. Theoretical. *Proceedings of the Royal Society of London. Series A*, 145(855):362–387.
- [Taylor, 1938] TAYLOR, G. I. (1938). Plastic strain in metals. *Journal of the Institute of Metals*, 32:307–324.

- [Toloczko *et al.*, 2004] TOLOCZKO, M. B., GELLES, D. S., GARNER, F. A., KURTZ, R. J. et ABE, K. (2004). Irradiation creep and swelling from 400 to 600°C of the oxide dispersion strengthened ferritic alloy MA957. *Journal of Nuclear Materials*, 329:352–355.
- [Toualbi, 2012] TOUALBI, L. (2012). *Optimisation de la gamme de fabrication de tubes en ODS pour une application gainage pour des réacteurs nucléaires de 4<sup>e</sup>me génération*. Thèse de doctorat, École des Mines ParisTech.
- [Toualbi *et al.*, 2011] TOUALBI, L., CAYRON, C., OLIER, P., MALAPLATE, J., PRAUD, M., MATHON, M.-H., BOSSU, D., ROUESNE, E., MONTANI, A., LOGÉ, R. et de CARLAN, Y. (2011). Assessment of a new fabrication route for Fe-9Cr-1W ODS cladding tubes. *Journal of Nuclear Materials*.
- [Trego, 2012] TREGO, G. (2012). *Comportement en fluage à haute température dans le domaine biphasé ( $\alpha + \beta$ ) du M5*. Thèse de doctorat, École des Mines ParisTech.
- [Ukai *et al.*, 1993a] UKAI, S., HARADA, M., OKADA, H., INOUE, M., NOMURA, S., SHIKAKURA, S., ASABE, K., NISHIDA, T. et FUJIWARA, M. (1993a). Alloying design of oxide dispersion-strengthened ferritic steel for long-life FBRs core materials. *Journal of Nuclear Materials*, 204:65–73.
- [Ukai *et al.*, 1993b] UKAI, S., HARADA, M., OKADA, H., INOUE, M., NOMURA, S., SHIKAKURA, S., NISHIDA, T., FUJIWARA, M., ASABE, K. et HARADA (1993b). Tube manufacturing and mechanical properties of oxide dispersion-strengthened ferritic steel. *Journal of Nuclear Materials*, 204:74–80.
- [Ukai *et al.*, 2002a] UKAI, S., MIZUTA, S., FUJIWARA, M., OKUDA, T. et KOBAYASHI, T. (2002a). Development of 9Cr-ODS martensitic steel claddings for fuel pins by means of ferrite to austenite phase transformation. *Journal of Nuclear Science and Technology*, 39(7):778–788.
- [Ukai *et al.*, 2000] UKAI, S., MIZUTA, S., YOSHITAKE, T., OKUDA, T., FUJIWARA, M., HAGI, S. et KOBAYASHI, T. (2000). Tube manufacturing and characterization of oxide dispersion strengthened ferritic steels. *Journal of Nuclear Materials*, 283(Part A):702–706.
- [Ukai *et al.*, 2004] UKAI, S., NARITA, T., ALAMO, A. et PARMENTIER, P. (2004). Tube manufacturing trials by different routes in 9CrW-ODS martensitic steels. *Journal of Nuclear Materials*, 329(Part A):356–361.
- [Ukai *et al.*, 1997] UKAI, S., NISHIDA, T., OKADA, H., OKUDA, T., FUJIWARA, M. et ASABE, K. (1997). Development of oxide dispersion strengthened ferritic steels for FBR core application .1. Improvement of mechanical properties by recrystallization processing. *Journal of Nuclear Science and Technology*, 34(3):256–263.
- [Ukai *et al.*, 1998a] UKAI, S., NISHIDA, T., OKUDA, T. et YOSHITAKE, T. (1998a). Development of oxide dispersion strengthened steels for FBR core application, (ii) - Morphology improvement by martensite transformation. *Journal of Nuclear Science and Technology*, 35(4):294–300.
- [Ukai *et al.*, 1998b] UKAI, S., NISHIDA, T., OKUDA, T. et YOSHITAKE, T. (1998b). R&D of oxide dispersion strengthened ferritic martensitic steels for FBR. *Journal of Nuclear Materials*, 258:1745–1749.
- [Ukai et Ohtsuka, 2007] UKAI, S. et OHTSUKA, S. (2007). Low cycle fatigue properties of ODS ferritic-martensitic steels at high temperature. *Journal of Nuclear Materials*, 367:234–238.

- [Ukai *et al.*, 2002b] UKAI, S., OKUDA, T., FUJIWARA, M., KOBAYASHI, T., MIZUTA, S. et NAKASHIMA, H. (2002b). Characterization of high temperature creep properties in recrystallized 12Cr-ODS ferritic steel claddings. *Journal of Nuclear Science and Technology*, 39(8):872–879.
- [van Dorp *et al.*, 2005] van DORP, W., van SOMEREN, B., HAGEN, C., KRUIT, P. et CROZIE, P. (2005). Approaching the resolution limit of nanometer-scale electron beam-induced deposition. *Nano Letters*, 5:1303–1307.
- [van Zeerleder, 1950] van ZEERLEDER, A. (1950). *Z. Metallkde*, 41:228.
- [Vanegas-Márquez *et al.*, 2011] VANEGAS-MÁRQUEZ, E., MOCELLIN, K., TOUALBI-BÉNÉVISE, L., de CARLAN, Y. et LOGÉ, R. (2011). Cyclic behaviour of Fe-14Cr ODS steel in pilgering conditions : influence of the loading path. *Journal of Nuclear Materials*, 420:479–490.
- [Varin, 1987] VARIN, R. A. (1987). The effects of temperature and strain rate on the plastic flow and ductility of ultrafine-grained type 316 austenitic stainless steel. *Materials Science and Engineering*, 94:93–107.
- [Verhiest *et al.*, 2009] VERHIEST, K., ALMAZOUZI, A., DE WISPELAERE, N., PETROV, R. et CLAESSENS, S. (2009). Development of oxides dispersion strengthened steels for high temperature nuclear reactor applications. *Journal of Nuclear Materials*, 385(2):308–311.
- [Viatkina *et al.*, 2007] VIATKINA, E., BREKELMANS, W. et GEERS, M. (2007). Modelling of the internal stress in dislocation cell structures. *European Journal of Mechanics - A/Solids*, 26(6):982–998.
- [Wang *et al.*, 2012] WANG, H. D., BERDIN, C., MAZIÈRE, M., FOREST, S., PRIOUL, C., PARROT, A. et LE-DELLIOU, P. (2012). Experimental and numerical study of dynamic strain ageing and its relation to ductile fracture of a C-Mn steel. *Materials Science and Engineering A*, 547:19–31.
- [Wasilkowska *et al.*, 2003] WASILKOWSKA, A., BARTSCH, M., MESSERSCHMIDT, U., HERZOG, R. et CZYRSKA-FILEMONOWICZ, A. (2003). Creep mechanisms of ferritic oxide dispersion strengthened alloys. *Journal of Materials Processing Technology*, 133(1-2):218–224.
- [Weeks *et al.*, 1969] WEEKS, R., PATI, S., ASHBY, M. et BARRAND, P. (1969). The elastic interaction between a straight dislocation and a bubble or a particle. *Acta Metallurgica*, 17(12):1403–1410.
- [Wen *et al.*, 2012] WEN, Y., LIU, Y., HIRATA, A., LIU, F., FUJITA, T., DOU, Y., LIU, D., LIU, B., LIU, Z. et LIU, C. (2012). Innovative processing of high-strength and low-cost ferritic steels strengthened by Y-Ti-O nanoclusters. *Materials Science and Engineering : A*.
- [White et Carnahan, 1964] WHITE, J. et CARNAHAN, R. (1964). A microplasticity study of dispersion strengthening in TD-nickel. *Transactions of the metallurgical society of the AIME*, 230:1298–1306.
- [Whittenberger, 1977] WHITTENBERGER, J. D. (1977). Creep and tensile properties of several oxide dispersion strengthened nickel-base alloys. *Metallurgical Transactions a-Physical Metallurgy and Materials Science*, 8(7):1155–1163.
- [Whittenberger, 1978] WHITTENBERGER, J. D. (1978). Tensile and creep properties of experimental oxide dispersion strengthened iron-base sheet alloy MA-956E at 1365K. *Metallurgical Transactions a-Physical Metallurgy and Materials Science*, 9(1):101–110.

- [Whittenberger, 1979] WHITTENBERGER, J. D. (1979). Effect of strain rate on the fracture behaviour at 1366K of the BCC iron base oxide dispersion strengthened alloy MA 956. *Metallurgical Transactions a-Physical Metallurgy and Materials Science*, 10(9):1285–1295.
- [Whittenberger, 1981] WHITTENBERGER, J. D. (1981). Elevated-temperature mechanical properties of the iron base oxide dispersion strengthened alloy MA-956 bar. *Metallurgical Transactions a-Physical Metallurgy and Materials Science*, 12(5):845–851.
- [Wilcox et Clauer, 1965] WILCOX, B. et CLAUER, A. (1965). Creep fracture of thoriated nickel. *Transactions of the metallurgical society of the AIME*, 233:253–255.
- [Wilcox et Clauer, 1966] WILCOX, B. et CLAUER, A. (1966). Creep of thoriated nickel above and below 0.5 Tm. *Transactions of the metallurgical society of AIME*, 236:570–580.
- [Wilshire et Lieu, 2004] WILSHIRE, B. et LIEU, T. (2004). Deformation and damage processes during creep of incoloy MA957. *Materials Science and Engineering a-Structural Materials Properties Microstructure and Processing*, 386(1-2):81–90.
- [Wu et al., 2012] WU, Y., HANEY, E. M., CUNNINGHAM, N. J. et R, O. G. (2012). Transmission electron microscopy characterization of the nanofeatures in nanostructured ferritic alloy MA957. *Acta Materialia*, 1760:3456–3468.
- [Xiang et al., 2004] XIANG, Y., SROLOVITZ, D., CHENG, L.-T. et E, W. (2004). Level set simulations of dislocation-particle bypass mechanisms. *Acta Materialia*, 52(7):1745–1760.
- [Xiang et Srolovitz, 2006] XIANG, Y. et SROLOVITZ, D. J. (2006). Dislocation climb effects on particle bypass mechanisms. *Philosophical Magazine*, 86(25-26):3937–3957.
- [Yamamoto et al., 2011] YAMAMOTO, M., UKAI, S., HAYASHI, S., KAITO, T. et OHTSUKA, S. (2011). Reverse phase transformation from alpha to gamma in 9Cr-ODS ferritic steels. *Journal of Nuclear Materials*, 417(1-3):237–240.
- [Yamashita et al., 2004] YAMASHITA, S., OHTSUKA, S., AKASAKA, N., UKAI, S. et OHNUKI, S. (2004). Formation of nanoscale complex oxide particles in mechanically alloyed ferritic steel. *Philosophical Magazine Letters*, 84(8):525–529.
- [Yazawa et al., 2004] YAZAWA, Y., FURUHARA, T. et MAKI, T. (2004). Effect of matrix recrystallization on morphology, crystallography and coarsening behavior of vanadium carbide in austenite. *Acta Materialia*, 52(12):3727–3736.
- [Yutani et al., 2007] YUTANI, K., KISHIMOTO, H., KASADA, R. et KIMURA, A. (2007). Evaluation of helium effects on swelling behavior of oxide dispersion strengthened ferritic steels under ion irradiation. *Journal of Nuclear Materials*, 367 - 370:423–427.
- [Yvon et Carré, 2009] YVON, P. et CARRÉ, F. (2009). Structural materials challenges for advanced reactor systems. *Journal of Nuclear Materials*, 385(2):217–222.
- [Zakine et al., 1996a] ZAKINE, C., BECHADE, J. L. et PRIOUL, C. (1996a). Microstructure of the  $\chi$  phase in ODS ferritic alloys. *Scripta Materialia*, 34(9):1399–1403.
- [Zakine et al., 1996b] ZAKINE, C., PRIOUL, C. et FRANÇOIS, D. (1996b). Influence of the  $\chi$ -phase on the tensile properties of ODS steels. *Journal of Nuclear Materials*, 230(1):78–83.
- [Zakine et al., 1996c] ZAKINE, C., PRIOUL, C. et FRANÇOIS, D. (1996c). Creep behaviour of ODS steels. *Materials Science and Engineering A*, 219(1-2):102–108.

- [Zhong *et al.*, 2012] ZHONG, S., RIBIS, J., KLOSEK, V., de CARLAN, Y., LOCHET, N., JI, V. et MATHON, M. (2012). Study of the thermal stability of nanoparticle distributions in an oxide dispersion strengthened (ODS) ferritic alloys. *Journal of Nuclear Materials*, 428(0):154–159.
- [Zhong, 2012] ZHONG, S. Y. (2012). *Étude des évolutions microstructurales à haute température en fonction des teneurs initiales en Y, Ti et O et de leur incidence sur les hétérogénéités de déformation dans les aciers ODS Fe-14Cr1W*. Thèse de doctorat, Université Paris Sud, Orsay.
- [Zubizarreta *et al.*, 2009] ZUBIZARRETA, C., GIMÉNEZ, S., MARTÍN, J. et ITURRIZA, I. (2009). Effect of the heat treatment prior to extrusion on the direct hot-extrusion of aluminium powder compacts. *Journal of Alloys and Compounds*, 467(1-2):191–201.



# Caractérisation et modélisation du comportement mécanique à haute température des aciers ferritiques renforcés par dispersion d'oxydes

**Résumé :** Le renforcement par dispersion d'oxydes nanométriques permet, d'une manière générale, d'améliorer la résistance mécanique des matériaux métalliques. Il autorise donc une augmentation de leur température maximale d'utilisation. De nombreux travaux de recherche sont menés au Commissariat à l'Énergie Atomique et aux Énergies Alternatives sur les aciers ODS, pour *Oxide Dispersion Strengthened steels*. S'inscrivant dans le cadre du développement du nucléaire civil de quatrième génération, ces travaux ont pour but de qualifier un matériau pouvant être utilisé en tant que matériau de gainage combustible à une température de 650°C.

Ce travail de thèse a pour objectif d'améliorer la compréhension des propriétés mécaniques des aciers ODS, en cherchant d'une part à caractériser et à modéliser leur comportement en fluage, et d'autre part à caractériser leur anisotropie de comportement et à en identifier l'origine. Pour cela, de nombreux essais mécaniques ont été effectués entre 20°C et 900°C sur une nuance d'acier ODS ferritique de composition nominale Fe-14Cr1W0,26Ti + 0,3Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>. Cette nuance a été élaborée au CEA, par mécanosynthèse puis extrusion à chaud, sous la forme d'une barre ronde. Les résultats obtenus démontrent la grande résistance mécanique à haute température de l'acier ODS étudié. Ils mettent également en évidence une forte dépendance de la ductilité et de la résistance du matériau vis-à-vis de la vitesse de sollicitation. Sur la base des différentes caractérisations expérimentales réalisées, un modèle de comportement macroscopique uniaxial a été développé. S'appuyant sur la description de trois écrouissages cinématiques et d'un terme de restauration statique, ce modèle démontre une capacité remarquable à reproduire le comportement mécanique du matériau en traction, en fatigue, en fluage et en relaxation. Par ailleurs, la caractérisation de l'anisotropie de comportement mécanique de la nuance d'acier ODS étudiée a montré que celle-ci dépend de la température. Deux modélisations polycristallines différentes ont été mises en place afin de reproduire cette anisotropie de comportement à partir des textures cristallographique et morphologique du matériau. Le désaccord observé entre les prévisions de ces modèles et les résultats expérimentaux conduit à formuler d'autres hypothèses sur la déformation des aciers ODS.

**Mots clés :** RNR-Na, gainage combustible, acier, ODS, haute température, fluage, mécanismes de déformation, modélisation polycristalline, glissement aux joints de grains.

## Experimental study and modelling of the high temperature mechanical behaviour of oxide dispersion strengthened ferritic steels

**Abstract:** The strength of metals, and therefore their maximum operating temperature, can be improved by oxide dispersion strengthening (ODS). Numerous research studies are carried out at the French Atomic Energy Commission (CEA) in order to develop a cladding tube material for Gen IV nuclear power reactors. Oxide dispersion strengthened steels appear to be the most promising candidates for such application, which demands a minimum operating temperature of 650°C. The present dissertation intends to improve the understanding of the mechanical properties of ODS steels, in terms of creep lifetime and mechanical anisotropy.

The methodology of this work includes mechanical tests between room temperature and 900°C as well as macroscopic and polycrystalline modelling. These tests are carried out on a Fe-14Cr1W0,26Ti + 0,3Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> ODS ferritic steel processed at CEA by mechanical alloying and hot extrusion. The as-received material is a bar with a circular section. The mechanical tests reveal the high mechanical strength of this steel at high temperature. A strong influence of the strain rate on the ductility and the mechanical strength is also observed. A macroscopic mechanical model has been developed on the basis of some experimental statements such as the high kinematic contribution to the flow stress. This model has a strong ability to reproduce the mechanical behaviour of the studied material. Two different polycrystalline models have also been developed in order to reproduce the mechanical anisotropy of the material. They are based on its specific grain morphology and crystallographic texture. The discrepancy between the predictions of both models and experimental results reveal the necessity to formulate alternate assumptions on the deformation mechanisms of ODS ferritic steels.

**Keywords:** SFR reactor, fuel cladding, steel, ODS, high temperature, creep, deformation mechanisms, polycrystalline modelling, grain boundary sliding.

